

**ANALISIS BEBERAPA LOGAM BERAT DALAM AIR,  
SEDIMEN DAN HAIWAN BERCANGKERANG DI PERSISIRAN  
PANTAI SEMENANJUNG MALAYSIA DAN POTENSI HAIWAN  
TERSEBUT SEBAGAI PENUNJUK-BIO PENCEMARAN MARIN**

**NUR FAJAR YANTA**

Tesis ini dikemukakan  
sebagai memenuhi syarat penganugerahan  
Ijazah Sarjana Sains (Kimia)

Fakulti Sains  
Universiti Teknologi Malaysia

FEBRUARI 2000

## UNIVERSITI TEKNOLOGI MALAYSIA

**BORANG PENGESAHAN STATUS TESIS\***

**JUDUL.:ANALISIS BEBERAPA LOGAM BERAT DALAM AIR, SEDIMEN  
DAN HAIWAN BERCANGKERANG DI PERSISIRAN PANTAI  
SEMENANJUNG MALAYSIA DAN POTENSI HAIWAN TERSEBUT  
SEBAGAI PENUNJUK-BIO PENCEMARAN MARIN**

SESI PENGAJIAN : 1999/2000

Saya

NUR FAJAR YANTA

(HURUF BESAR)

mengaku membenarkan tesis (~~PSM/Sarjana/Doktor Falsafah~~)\* ini disimpan di Perpustakaan Universiti Teknologi Malaysia dengan syarat-syarat kegunaan seperti berikut :

1. Tesis adalah hakmilik Universiti Teknologi Malaysia.
2. Perpustakaan Universiti Teknologi Malaysia dibenarkan membuat salinan untuk tujuan pengajian sahaja.
3. Perpustakaan dibenarkan membuat salinan tesis ini sebagai bahan pertukaran antara institusi pengajian tinggi.
4. \*\*Sila tandakan (✓)

☐

SULIT

(Mengandungi maklumat yang berdarjah keselamatan atau kepentingan Malaysia seperti yang termaktub di dalam AKTA RAHSIA RASMI 1972)

☐

TERHAD

(Mengandungi maklumat TERHAD yang telah ditentukan oleh organisasi/badan di mana penyelidikan dijalankan)

☒

TIDAK TERHAD

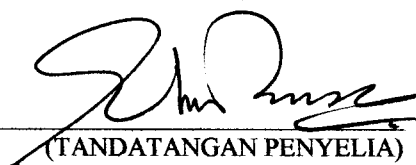


(TANDATANGAN PENULIS)

Alamat Tetap: JLN. K.H. AHMAD DAHLAN  
RT 002/02 NO. 2 DESA PETIR,  
CIPONDOH-TANGERANG  
JAWA BARAT-INDONESIA

Tarikh 24 hb.FEBRUARI 2000

Disahkan oleh



(TANDATANGAN PENYELIA)

**PROF. DR. ALIAS MOHD YUSOF**

Nama Penyelia

Tarikh : 24 hb. FEBRUARI 2000

- CATATAN :**
- \* Potong yang tidak berkenaan.
  - \*\* Jika tesis ini SULIT atau TERHAD, sila lampirkan surat daripada pihak berkuasa/ organisasi berkenaan dengan menyatakan sekali sebab dan tempoh tesis ini perlu dikelaskan sebagai SULIT atau TERHAD.
  - Tesis dimaksudkan sebagai tesis bagi Ijazah Doktor Falsafah dan Sarjana secara penyelidikan, atau disertasi bagi pengajian secara kerja kursus dan penyelidikan, atau Laporan Projek Sarjana Muda (PSM).

## **BAHAGIAN A – Pengesahan Kerjasama\***

Adalah disahkan bahawa projek penyelidikan tesis ini telah dilaksanakan melalui kerjasama antara \_\_\_\_\_ dengan \_\_\_\_\_

Disahkan oleh:

Tandatangan : \_\_\_\_\_ Tarikh : \_\_\_\_\_

Nama : \_\_\_\_\_

Jawatan : \_\_\_\_\_  
(Cop rasmi)

*\* Jika penyediaan tesis/projek melibatkan kerjasama.*

---

## **BAHAGIAN B – Untuk Kegunaan Pejabat Pusat Pengajian Siswazah**

Tesis ini telah diperiksa dan diakui oleh:

Nama dan Alamat : **Prof. Madya Dr. Amran bin Majid**  
Pemeriksa Luar : **Department of Nuclear Science**  
**Faculty of Physical and Applied Sciences**  
**Universiti Kebangsaan Malaysia**  
**43600 Bangi**  
**Selangor**

Nama dan Alamat : **Dr. Azli bin Sulaiman**  
Pemeriksa Dalam I : **Fakulti Sains**  
**UTM, Skudai**

Pemeriksa Dalam II :

Nama Penyelia Lain  
(jika ada) :


Disahkan oleh Penolong Pendaftar di PPS:

Tandatangan :  \_\_\_\_\_

Tarikh : 28/1/2001

Nama : ABDUL HALIM BIN ABDUL RAHMAN

“ Saya akui karya ini bertajuk ‘**ANALISIS BEBERAPA LOGAM BERAT DALAM AIR, SEDIMEN DAN HAIWAN BERCANGKERANG DI PERSISIRAN PANTAI SEMENANJUNG MALAYSIA DAN POTENSI HAIWAN TERSEBUT SEBAGAI PENUNJUK-BIO PENCEMARAN MARIN**’ adalah hasil kerja saya sendiri kecuali nukilan dan ringkasan yang tiap-tiap satunya telah saya jelaskan sumbernya”

Tandatangan : 

Nama Penulis : **Nur Fajar Yanta**

Tarikh : *24* hb. Februari 2000

## DEDIKASI

*Khususnya untuk Ayahanda Abd. Rahim Saaba serta Ibunda Khalifah binti Kholid, yang telah menanamkan rasa keyakinanaku dalam menjalani hidup ini .....*

*Kepada Bapak dan Ibu Mertuaku yang ku hormati atas pengertiannya selama Aku studi.....*

*Yang tersayang dan amat kucintai Istriku Sri Wahyuni, yang begitu besar pengorbanan serta ketabahannya selama Aku menjalani studi .....*

*Anakku sayang Fathin Abdullah Azzam, yang telah kehilangan kasih sayang Abimu selama studi .....*

Semoga Allah S.W.T menerima amal ibadah ini semua .....Amiin.....

## PENGHARGAAN

DENGAN NAMA ALLAH YANG MAHA PENGASIH LAGI MAHA PENYAYANG

Segala puji hanya kepada Allah S.W.T., yang telah memberikan rahmat serta nikmat keimanan serta kekuatan hidup sehingga penyelidikan ini berjaya disiapkan. Selawat dan salam patut dihulurkan ke atas junjungan kecintaan kita Nabi Muhammad S.A.W. yang telah membawakan ajaran Allah ke atas permukaan bumi ini. AMIN.

Pada kesempatan ini, penulis ingin merakamkan setinggi – tinggi penghargaan kepada Prof. Dr. Alias Mohd. Yusof, selaku penyelia projek. Bimbingan dan perbincangan dengan beliau telah banyak membantu sehingga penyelidikan dan penulisan tesis ini dapat disiapkan dengan jayanya. Juga ingin merakamkan terima kasih dan penghargaan kepada Dr. Abd. Khalik Hj. Wood dari MINT di atas bantuannya serta perbincangannya, serta pensyarah-pensyarah Jabatan Kimia, Fakulti Sains, UTM yang telah sudi memberikan pandangan dan teguran membina pada sepanjang pengajian ini. Kerjasama yang telah diberikan oleh pembantu makmal Jabatan Kimia/Jabatan Fizik Fakulti Sains, UTM, Skudai serta semua pihak MINT yang tidak dapat disebut satu persatu sangat dihargai.

Penulis juga merakamkan penghargaan kepada pihak-pihak RMC, UTM dan PPS UTM yang telah memberikan pembiayaan selama menjalankan penyelidikan dan penulisan tesis ini.

Tidak lupa kepada Bang Mahmud Mohd. Yunus , MSc serta Kak Marpongahtun, MSc yang telah memberikan jalan, memberikan nasihat dan dorongan sepanjang pengajian ini, serta kepada semua pihak yang membantu secara langsung mahupun tidak langsung dalam menjayakan projek penyelidikan dan penulisan tesis ini.

*Wassalam*

**Nur Fajar Yanta**  
November 1999

## Abstrak

Pemantauan serta penilaian kualiti ke atas alam sekitar terhadap pencemaran logam-logam berat telah dilakukan terutamanya adalah hidupan laut. Suatu kajian terhadap penilaian pencemaran alam sekitar di pesisiran pantai barat dan timur Semenanjung Malaysia telah dilakukan dengan menganalisis kandungan logam-logam berat yang terdapat di dalam spesies kerang serta kupang, air pesisiran pantai dan enapan. Kerang (*Anadara granosa*) dan kupang (*Perna viridis*) telah dipilih sebagai sampel kajian kerana mampu hidup pada kawasan tercemar, mampu mengumpulkan logam-logam berat dengan faktor pemekatan hingga  $10^6$  dan menjadi makanan laut kegemaran orang. Sebanyak 22 lokasi persampelan telah dipilih berdasarkan lokasi penternakan spesies tersebut dan kerja persampelan dilakukan sebanyak 2 kali untuk melihat tren yang terjadi selama masa satu tahun. Sebanyak 30 ekor kerang dan kupang yang masing-masing bersaiz 30-42 mm dan 8-10.3 cm digunakan sebagai sampel pilihan. Kaedah prapemekatan bagi sampel air dilakukan menggunakan kaedah pengekstrakan APDC-MIBK. Asid nitrik pekat telah digunakan bagi penghazaman sampel haiwan manakala campuran asid nitrik; asid fluorik dan asid perklorik pekat telah digunakan bagi penghazaman sampel enapan. Logam-logam yang dikaji adalah As, Cd, Cr, Cu, Pb, Se dan Zn. Sampel dianalisis menggunakan teknik analisis pengaktifan neutron (APN) dan spektrofotometri serapan atom (SSA). Bahan rujukan piawai yang digunakan adalah Marine Sediment Reference Materials (BCSS-1), Nearshore Seawater Reference Material for Trace Metals (CASS 2), Bovine Liver Reference Material (SRM 1577a) dan Lobster Hepatopancreas (TORT-1). Ujian korelasi di antara kepekatan logam di dalam haiwan dan di dalam air dan di dalam enapan juga telah dilakukan. Potensi penggunaan haiwan bercangkerang sebagai penunjuk-bio telah juga dinilai dalam kajian ini. Daripada hasil kajian didapati bahawa peratus perolehan semula logam dengan menggunakan teknik yang dicadangkan berada dalam julat 83-107%. Tren kepekatan logam-logam berat lebih menumpu pada kawasan pantai barat. Kerang memiliki potensi yang sesuai sebagai penunjuk-bio terhadap logam As, Cu, Pb, Se dan Zn manakala itu kupang berpotensi sebagai penunjuk-bio terhadap logam Cd dan Cr.

## Abstract

Monitoring and assessing the quality of the coastal environment of Peninsular Malaysia on the effects of heavy metals pollution was evaluated using the estuarine organism as the main indicator. The assessment of environmental pollution in the western and eastern coasts of Peninsular Malaysia was done by analysing the contents of the heavy metals in the bivalves, sea waters and sediments. The cockles (*Anadara granosa*) and mussels (*Perna viridis*) are chosen as the bivalves samples because they survive in the polluted area and are able to accumulate heavy metals with the bioconcentration factor reaching up to  $10^6$ , and they were abundantly cultured for human consumption. Twenty two sampling locations were chosen in the marine culture area and samplings were conducted twice to look for the prevailing trend. Thirty cockles and mussels with shell lengths of 30 to 42 mm and 8 to 10.3 cm respectively were gathered from these locations and used as specimens. Preconcentration of water samples was done by extraction with the so called APDC-MIBK method. The bivalves samples were digested with a concentrated nitric acid and a mixture of concentrated nitric acid; fluoric acid and perchloric acid was used for sediment samples. Heavy metals analysed in this study were As, Cd, Cr, Cu, Pb, Se and Zn. The concentration of the heavy metals was measured by means of neutron activation analysis (NAA) and atomic absorption spectrophotometry (AAS) techniques. CRM of Marine Sediment Reference Material (BCSS), Nearshore Seawater Reference Material (CASS), Bovine Liver Reference Material (SRM 1577a) and Lobster Hepatopancreas (TORT-1) were used for quality assurance controls. Two correlation tests of the values of metals concentrations in bivalves with that in water-metals and with that in sediment-metals were performed. Based on these tests the potential use of the bivalves as pollution indicators were evaluated. Results from the APDC-MIBK method yielded a percentage recovery within the range of 83% to 107%. It was found that highly polluted areas by heavy metals were mainly concentrated within the west coast of the Peninsular. Cockles exhibited a good potential indicators for heavy metals such as As, Cu, Pb, Se and Zn, while mussels are suitable bio-indicators of Cd and Cr.



## SENARAI KANDUNGAN

BAB	PERKARA	MUKA SURAT
	PENGESAHAN	
	TAJUK	i
	PERAKUAN	ii
	DEDIKASI	iii
	PENGHARGAAN	iv
	ABSTRAK	v
	ABSTRACT	vi
	SENARAI KANDUNGAN	vii
	SENARAI JADUAL	xii
	SENARAI RAJAH	xiv
	SENARAI LAMPIRAN	xix
	SENARAI SINGKATAN DAN SIMBOL	xx

BAB I	PENDAHULUAN	1
	1.1 Pengenalan	1
	1.2 Objektif	3
	1.3 Logam Berat	5
	1.3.1 Pendahuluan	5
	1.3.2 Logam-logam Berat	6
	1.3.2.1 Arsenik (As)	6
	1.3.2.2 Kadmium (Cd)	8
	1.3.2.3 Kromium (Cr)	10
	1.3.2.4 Kuprum (Cu)	12
	1.3.2.5 Plumbum (Pb)	14
	1.3.2.6 Selenium (Se)	16

1.3.2.7	Zink (Zn)	19
1.3.3	Pencemaran Marin	20
1.3.4	Kesan Ketoksikan Logam Berat	21
1.4	Penyebaran Logam Melalui Kitaran Makanan	23
1.5	Penunjuk Biologi	24
1.5.1	Pengenalan	24
1.5.2	Haiwan Bercangkerang	
	Sebagai Penunjuk-Bio	26
1.6	Teknik Analisis	28
1.6.1	Analisis Pengaktifan Neutron (APN)	29
1.6.1.1	Tindak Balas Nuklear	29
1.6.1.2	Penentuan Aktiviti	30
1.6.1.3	Kelebihan APN	31
1.6.1.4	Kelemahan APN	32
1.6.2	Spektroskopi Serapan Atom (SSA)	32
1.6.2.1	Kaedah Relau Grafit	33
1.6.2.2	Kelebihan Kaedah Relau Grafit	34
1.6.2.3	Kelemahan Kaedah Relau Grafit	34
1.7	Statistik	35
<b>BAB II</b>	<b>KAEDAH</b>	<b>40</b>
2.1	Bahan Kimia	40
2.2	Peralatan	40
2.2.1	Alat Radas	40
2.2.2	Jangka pH	41
2.2.3	Pengering Sejuk Beku	41
2.2.4	Pengisar	41
2.2.5	Penggoncang	43
2.2.6	Penuras Vakum	43
2.3	Penyediaan Larutan	43
2.3.1	Larutan Ammonium	
	Pirolidinaditiokarbamat (APDC) 1%	43

2.4	Penyediaan Piawai	43
2.5	Pemilihan dan Pengambilan Sampel	44
2.5.1	Pemilihan Sampel dan Lokasi	44
2.5.2	Pengambilan Sampel	44
2.6	Penyediaan Sampel	48
2.6.1	Pengeringan Sampel Haiwan	48
2.6.2	Kaedah Penghadaman Sampel Haiwan	48
2.6.3	Pengeringan Sampel Enapan	49
2.6.4	Kaedah Penghadaman Sampel Enapan	49
2.6.5	Sampel Air	49
2.6.6	Prapemekatan Sampel Air	50
2.7	Analisis Kimia	50
2.7.1	Analisis Spektrofotometri Serapan Atom	50
2.7.1.1	Kajian Kecekapan Kaedah	50
2.7.1.2	Penyediaan Larutan Piawai	52
2.7.1.3	Analisis Menggunakan Kaedah Spektroskopi Serapan Atom (SSA)	52
2.7.1.4	Pengendalian Alat SSA	52
2.7.2	Analisis Pengaktifan Neutron (APN)	54
2.7.2.1	Penyediaan Sampel	54
2.7.2.2	Pengaktifan dan Pembilangan Sampel	54
2.7.2.3	Pembetulan Ralat Pembilangan	58
2.7.2.4	Pembetulan Aktiviti	59
<b>BAB III</b>	<b>HASIL DAN PERBINCANGAN</b>	<b>60</b>
3.1	Kajian Awal	60
3.1.1	Kaedah Prapemekatan	60
3.2	Kepekatan Logam-Logam Berat	62
3.2.1	Logam Arsenik (As)	80
3.2.2	Logam Kadmium (Cd)	89

3.2.3	Logam Kromium (Cr)	97
3.2.4	Logam Kuprum (Cu)	103
3.2.5	Logam Plumbum (Pb)	110
3.2.6	Logam Selenium (Se)	118
3.2.7	Logam Zink (Zn)	124
3.3	Kepekatan Logam Berat Dalam Enapan	132
3.4	Haiwan Bercangkerang Sebagai Penunjuk-Bio	135
3.4.1	Logam Arsenik (As)	136
3.4.2	Logam Kadmium (Cd)	138
3.4.3	Logam Kromium (Cr)	140
3.4.4	Logam Kuprum (Cu)	146
3.4.5	Logam Plumbum (Pb)	147
3.4.6	Logam Selenium (Se)	150
3.4.7	Logam Zink (Zn)	153
3.4.8	Penjelasan Secara Keseluruhan	158
<b>BAB IV</b>	<b>KESIMPULAN DAN CADANGAN</b>	<b>159</b>
4.1	Kesimpulan	159
4.2	Cadangan	160
<b>RUJUKAN</b>		<b>162</b>
<b>LAMPIRAN</b>		<b>177</b>

## SENARAI JADUAL

NO. JADUAL	TAJUK	MUKA SURAT
1.1	Pengkelasan beberapa logam yang diperlukan dan yang tak diperlukan ke dalam kelompok A, kelompok B dan kelompok perantaraan didasarkan pada pengkelasan oleh Nieboer dan Richardson (1980).	5
1.2	Faktor pemekatan beberapa kelompok organisma ke atas logam (Schmitz, 1996).	28
2.1	Lokasi persampelan spesies haiwan bercangkerang	46
2.2	Parameter pengendalian untuk kaedah pengatoman nyala	53
2.3	Parameter pengendalian untuk kaedah elektrotermal	53
3.1	Peratus perolehan semula beberapa kepekatan logam di dalam sampel SRM CASS-2 dengan menggunakan kaedah pengekstrakan APDC-MIBK.	62
3.2	Nilai julat pH bagi beberapa logam berat.	63
3.3	Kepekatan logam-logam berat di dalam sampel kerang ( <i>Anadara granosa</i> ) pada persampelan I tahun 1998	64
3.4	Kepekatan logam-logam berat dalam sampel kerang <i>Anadara granosa</i> ) pada persampelan II tahun 1999	66
3.5	Kepekatan logam-logam berat di dalam sampel kupang ( <i>Perna viridis</i> ) pada persampelan I tahun 1998	68
3.6	Kepekatan logam-logam berat di dalam sampel kupang ( <i>Perna viridis</i> ) pada persampelan II tahun 1999	70
3.7	Kepekatan logam-logam berat yang terdapat di dalam sampel enapan pada pengambilan sampel I tahun 1998	72

3.8	Kepekatan logam-logam berat di dalam sampel enapan pada pengambilan sampel II tahun 1999	74
3.9	Kepekatan logam berat di dalam siri sampel air laut pada persampelan I tahun 1998	76
3.10	Kepekatan logam-logam berat dalam siri sampel air laut pada persampelan II tahun 1999	78
3.11	Kandungan logam-logam berat yang terdapat di dalam haiwan dwicangkerang berdasarkan kajian terdahulu	81
3.12	Kandungan logam-logam berat di dalam enapan yang tercatat berdasarkan kajian terdahulu.	82
3.13	Kepekatan logam As di dalam berbagai sampel pada persampelan I tahun 1998	84
3.14	Kepekatan logam As di dalam berbagai sampel pada persampelan II tahun 1999	85
3.15	Kepekatan logam Cd di dalam berbagai sampel pada persampelan I tahun 1998	90
3.16	Kepekatan logam Cd di dalam berbagai sampel pada persampelan II tahun 1999	91
3.17	Kepekatan logam Cr di dalam berbagai sampel pada persampelan I tahun 1998	98
3.18	Kepekatan logam Cr di dalam berbagai sampel pada persampelan II tahun 1999	99
3.19	Kepekatan logam Cu di dalam berbagai sampel pada persampelan I tahun 1998	104
3.20	Kepekatan logam Cu di dalam berbagai sampel pada persampelan II tahun 1999	105
3.21	Kepekatan logam Pb di dalam berbagai sampel pada persampelan I tahun 1998	111
3.22	Kepekatan logam Pb di dalam berbagai sampel pada persampelan II tahun 1999	112
3.23	Kepekatan logam Se di dalam berbagai sampel pada persampelan I tahun 1998	119
3.24	Kepekatan logam Se di dalam berbagai sampel pada persampelan II tahun 1999	120

3.25	Kepekatan logam Zn di dalam berbagai sampel pada persampelan I tahun 1998	126
3.26	Kepekatan logam Zn di dalam berbagai sampel pada persampelan II tahun 1999	127
3.27	Kepekatan logam-logam berat yang terdapat di dalam sampel enapan secara keseluruhan	132
3.28	Kepekatan logam-logam berat ( $\mu\text{g.g}^{-1}$ ) di dalam sampel enapan mengikut negeri	133
3.29	Kepekatan logam-logam berat ( $\mu\text{g.g}^{-1}$ ) di dalam sampel enapan mengikut negeri	134
3.30	Nilai korelasi kepekatan logam di dalam haiwan dengan di dalam air dan enapan	137

## SENARAI RAJAH

NO. RAJAH	TAJUK	MUKA SURAT
1.1	Sumber-sumber pencemar yang berlaku ke atas marin (Frenkel, 1995)	22
1.2	Rantaian perpindahan logam-logam berat daripada air sekitaran kepada manusia (Bryan, 1976)	25
1.3	Proses pengubahan analit menjadi atom bebas	33
2.1	Alat pengering sejuk beku model Edward, Modulyo, USA	42
2.2	Alat pengisar model HSM-100 yang dibekalkan oleh Herzog, Jerman	42
2.3	Gambarajah kerang ( <i>Anadara granosa</i> ) dan kupang ( <i>Perna viridis</i> )	45
2.4	Proses penjerapan yang terjadi pada haiwan bercangkerang (Robert, 1995)	45
2.5	Lokasi persampelan haiwan bercangkerang di pesisiran pantai barat dan timur Semenanjung Malaysia	47
2.6	Skema prapemakatan sampel air dengan kaedah ekstraksi APDC-MIBK (Chapple and Athanasopoulos, 1991)	51
2.7	Alat spektrofotometer serapan atom model GBC Avanta System 3000	55
2.8	Alat pengesan germanium berketulenan tinggi (HPGe) model Ge 1520, Canberra, Australia	55
2.9	Susunan alat asas untuk analisis pengaktifan neutron (IAEA-TECDOC-564, 1990)	56



3.1	Taburan kepekatan logam-logam berat di dalam kerang ( <i>Anadara granosa</i> ) pada persampelan I tahun 1998	65
3.2	Taburan kepekatan logam-logam berat di dalam kerang ( <i>Anadara granosa</i> ) pada persampelan II tahun 1999	67
3.3	Taburan kepekatan logam-logam berat dalam kupang ( <i>Perna viridis</i> ) pada persampelan I tahun 1998	69
3.4	Taburan kepekatan logam-logam berat di dalam kupang ( <i>Perna viridis</i> ) pada persampelan II tahun 1999	71
3.5	Taburan kepekatan logam-logam berat di dalam enapan pada persampelan I tahun 1998	73
3.6	Taburan kepekatan logam-logam berat di dalam sampel enapan pada persampelan II tahun 1999	75
3.7	Taburan kepekatan logam-logam berat di dalam siri sampel air laut pada persampelan I tahun 1998	77
3.8	Taburan kepekatan logam-logam berat di dalam siri sampel air laut pada persampelan II tahun 1999	79
3.9	Taburan kepekatan logam As yang terdapat dalam kerang, kupang dan enapan pada persampelan I tahun 1998	87
3.10	Taburan kepekatan logam As yang terdapat dalam kerang, kupang dan enapan pada persampelan II tahun 1999	88
3.11	Taburan kepekatan logam Cd yang terdapat dalam kerang, kupang dan enapan pada persampelan I tahun 1998	95
3.12	Taburan kepekatan logam Cd yang terdapat dalam kerang, kupang dan enapan pada persampelan tahun I tahun 1999	96
3.13	Taburan kepekatan logam Cr yang terdapat dalam kerang, kupang dan enapan pada persampelan I tahun 1998	101
3.14	Taburan kepekatan logam Cr yang terdapat dalam kerang, kupang dan enapan pada persampelan II tahun 1999	102
3.15	Taburan kepekatan logam Cu yang terdapat dalam	108

	kerang, kupang dan enapan pada persampelan I tahun 1998	108
3.16	Taburan kepekatan logam Cu yang terdapat dalam kerang, kupang dan enapan pada persampelan II tahun 1999	109
3.17	Taburan kepekatan logam Pb yang terdapat dalam kerang, kupang dan enapan pada persampelan I tahun 1998	116
3.18	Taburan kepekatan logam Pb yang terdapat dalam kerang, kupang dan enapan pada persampelan II tahun 1999	117
3.19	Taburan kepekatan logam Se yang terdapat dalam kerang, kupang dan enapan pada persampelan I tahun 1998	122
3.20	Taburan kepekatan logam Se yang terdapat dalam kerang, kupang dan enapan pada persampelan II tahun 1999	123
3.21	Taburan kepekatan logam Zn yang terdapat dalam kerang, kupang dan enapan pada persampelan I tahun 1998	130
3.22	Taburan kepekatan logam Zn yang terdapat dalam kerang, kupang dan enapan pada persampelan II tahun 1999	131
3.23	Hubungkait di antara kepekatan logam As di dalam haiwan dan di dalam enapan pada persampelan I tahun 1998	139
3.24	Hubungkait di antara kepekatan logam As di dalam haiwan dan di dalam enapan pada persampelan II tahun 1999	139
3.25	Hubungkait di antara kepekatan logam Cd di dalam haiwan dan di dalam enapan dan air pada persampelan I tahun 1998	141
3.26	Hubungkait di antara kepekatan logam Cd di dalam haiwan dan di dalam enapan dan air pada persampelan II tahun 1999	142
3.27	Hubungkait di antara kepekatan logam Cr di dalam haiwan dan di dalam enapan dan air pada persampelan I	144

tahun 1998

3.28	Hubungkait di antara kepekatan logam Cr di dalam haiwan dan di dalam enapan dan air pada persampelan II tahun 1999	145
3.29	Hubungkait di antara kepekatan logam Cu di dalam haiwan dan di dalam enapan dan air pada persampelan I tahun 1998	148
3.30	Hubungkait di antara kepekatan logam Cu di dalam haiwan dan di dalam enapan dan air pada persampelan II tahun 1999	149
3.31	Hubungkait di antara kepekatan logam Pb di dalam haiwan dan di dalam enapan dan air pada persampelan I tahun 1998	151
3.32	Hubungkait di antara kepekatan logam Pb di dalam haiwan dan di dalam enapan dan air pada persampelan II tahun 1998	152
3.33	Hubungkait di antara kepekatan logam Se di dalam haiwan dan di dalam enapan pada persampelan I tahun 1998	154
3.34	Hubungkait di antara kepekatan logam Se di dalam haiwan dan di dalam enapan pada persampelan II tahun 1999	154
3.35	Hubungkait di antara kepekatan logam Zn di dalam haiwan dan di dalam enapan dan air pada persampelan I tahun 1998	156
3.36	Hubungkait di antara kepekatan logam Zn di dalam haiwan dan di dalam enapan dan air pada persampelan II tahun 1999	157

**SENARAI LAMPIRAN**

<b>Lampiran</b>	<b>T a j u k</b>	<b>Muka Surat</b>
1	Data kepekatan logam-logam berat dalam sampel haiwan, enapan dan air laut	177
2	Hasil ujian t bagi taraf keberertian korelasi antara kepekatan logam di dalam haiwan bercangkerang dengan di dalam enapan atau air	180
3	Beberapa data bahan rujukan piawai serta hasil keputusan menggunakan kaedah APN	183
4	Beberapa data hasil analisis menggunakan kaedah AAS	193

## SENARAI SINGKATAN/SIMBOL

$\alpha$	Paras keertian
<i>a</i>	Pemalar
<i>A</i>	Serapan
AMAP	Arctic Monitoring and Assesment Programme
<i>A<sub>o</sub></i>	Aktiviti sebenar
APDC	Ammonium pirolidinakarboditioat
APN	Analisis Pengaktifan Neutron
As	Arsenik
<i>A<sub>t</sub></i>	Aktiviti radionuklid pada masa <i>t</i>
<i>b</i>	Lebar celahan
Bg	Aktiviti latar belakang sampel
$\beta$	Sinar beta
bps	Bilangan per saat
<i>c</i>	Kepekatan atom unsur
Cd	Kadmium
Cp	Kepekatan unsur dalam piawai
Cs	Kepekatan unsur dalam sampel
Cr	Kromium
Cu	Kuprum
EMAP	Environmental Monitoring and Assesment Project
EPA	Environmental Protection Agency
FAAS	Spektrofotometri serapan atom dengan kaedah nyala
FAO	Food and Agricultural Organization
FDA	Food dietary allowance
<i>g</i>	gram
$\gamma$	Gamma
GeKT	Germanium kemurnian tinggi
GFAAS	Spektrofotometri serapan atom dengan kaedah relau grafit
<i>H</i>	Bilangan pada saluran <i>x</i>
<i>H<sub>o</sub></i>	Hipotesis nul
<i>H<sub>1</sub></i>	Hipotesis alternatif
<i>H<sub>m</sub></i>	Bilangan maksimum punca foto pada $x=x_o$
<i>I</i>	Keamatan sinaran aktif
<i>I<sub>o</sub></i>	Keamatan sinaran awal
IPP	Institut Penyelidikan Perikanan
KEV	Kiloelektron volt
Kg	Kampong
kg	Kilogram
KI	Kuala

Kpg.	Kupang
Krg.	Kerang
L	Liter
$\mu\text{g}$	Mikrogram
mg	Miligram
MIBK	Metilisobutil keton
mL	Mililiter
MMPs	Marine Monitoring Programs
n	Neutron
$n_s$	Jumlah sampel
NRC	National Research Council
P	Pantai
PA	Luas puncak foto
Pp	Luas puncak foto unsur dalam piawai
Ps	Luas puncak foto unsur dalam sampel
PAs	Luas puncak foto unsur
Pb	Plumbum
%	Peratus
%Err	Peratus ralat pada cetakan data
Pers.	Persamaan
Pt	Parit
$r_p$	Ralat pembilangan
r	pekali korelasi
RDA	Recommended Dietary Allowance
$\sigma$	Keratan lintang tindak balas
$\sigma_{\text{NET}}$	Aktiviti unsur (bps)
Se	Selenium
Sg	Sungai
SRM	Standard Reference Material (Bahan Rujukan Piawai)
SSA	Spektroskopi Serapan Atom
T	Masa reputan
t	Masa pengaktifan
$t_{1/2}$	Masa separuh hayat nuklid
Tg	Tanjong
Tk	Teluk
Tt	Tidak terkesan
UK	United Kingdom
USA	Amerika Syarikat
USEPA	United State of Environmental Protection Agency
UTM	Universiti Teknologi Malaysia
v	Darjah kebebasan
x	Nombor saluran
xo	Nombor saluran pada bilangan maksimum
WHO	World Health Organization
Wp	Berat piawai
Ws	Berat sampel
Zn	Zink

## **BAB I**

### **PENDAHULUAN**

#### **1.1 Pengenalan**

Beberapa spesies haiwan bercangkerang yang hidup di perairan laut boleh di dapati di seluruh dunia. Antara beberapa spesies haiwan bercangkerang yang secara amnya dimakan oleh masyarakat iaitu spesies kerang (*Anadara granosa*), kupang atau siput sudu (*Perna viridis*), kepah (*Corce scripta*), siput lala (*Orbicularia orbiculata*), tiram (*Ostrea folium*), remis (*Donnax faba*), serta retak seribu (*Phapia undulata*). Siput sudu atau kupang yang terdapat di Malaysia dan di Asia Tenggara amnya dikenali sebagai *Perna viridis* Linnaeus (Jabatan Perikanan, 1985).

Di Malaysia, siput-siput laut dan kerang adalah merupakan salah satu sumber mata pencarian nelayan-nelayan yang telah diusahakan sejak dulu lagi. Siput sudu atau kupang didapati tersebar luas secara semula jadi di perairan pantai terutama di kawasan-kawasan berhampiran dengan muara-muara sungai yang berair tenang, seperti yang terdapat di Selat Tebrau, Johor Bahru dan Selat Melaka. Menurut kajian yang telah di lakukan oleh Institut Penyelidikan Perikanan (IPP), sebanyak 315 tan metrik kupang boleh dihasilkan daripada kawasan seluas satu hektar dalam masa setahun (Jabatan Perikanan, 1985).

Selain daripada kupang, kerang juga banyak terdapat di perairan pantai Barat semenanjung Malaysia. Daerah yang menjadi sumber pengeluaran antaranya adalah

Negeri Perak, Selangor, Kuala Juru, Penang dan beberapa lokasi di perairan pantai Barat Johor. Kerang yang terdapat di semenanjung ini boleh hidup sama ada secara semula jadi atau dengan melalui penaburan benih-benih kepada kawasan yang bersesuaian. Untuk wilayah Timur pula, kerang di dapati daripada kawasan semula jadi, misalnya di daerah Tumpat, Kelantan.

Menurut laporan Jabatan Alam Sekitar (1996), buangan industri berdasarkan pertanian, industri pembuatan, industri penternakan dan buangan domestik telah mengakibatkan sebanyak 15 lembangan sungai tercemar dan 8 daripada jumlah sungai ini bertambah buruk kualitinya berbanding tahun sebelumnya. Bahan pencemar ini akan mengalir terus ke laut serta akan mencemari hidupan marin. Kualiti persekitaran marin menjadi terganggu dengan adanya beberapa pencemar lain seperti minyak dan gris, jumlah pepejal terampai dan *E. coli* yang merupakan pencemar utama perairan laut. Banyaknya industri-industri yang tidak mematuhi Peraturan-Peraturan Kualiti Alam Sekeliling seperti industri yang berasaskan getah, makanan dan minuman serta industri penyaduran logam dan tekstil disebabkan tiada sistem pengolahan effluen ataupun sistem pengolahan effluen yang kurang cekap akan menambah kesan pencemaran terhadap sistem kualiti perairan laut. Sementara itu sepanjang tahun 1995 sahaja telah dilaporkan sebanyak 92 kes kejadian tumpahan minyak telah berlaku dan 50 kes berpunca daripada kapal (Jabatan Alam Sekitar, 1995).

Memandangkan banyaknya kes yang berkenaan dengan pencemaran perairan laut, maka kajian serta pemantauan ke atas perairan ini perlu dilakukan terutama kepada haiwan yang mendiaminya. Banyak kajian telah dibuat berkenaan dengan hidupan marinnnya. Kajian terhadap kandungan logam-logam berat yang terdapat pada spesies bercangkerang juga telah di lakukan oleh penyelidik sebelumnya. Lee dan Low (1976) telah melaporkan bahawa kandungan logam Cu, Zn dan Pb dalam kerang (*Anadara granosa*) adalah 0.6-15.0; 34.9 dan 0.01-2.72 mg.kg<sup>-1</sup>. Devi (1986) telah melaporkan bahawa kandungan logam Cd, Hg, Pb, Zn dan Cu dalam beberapa spesies bercangkerang di Malaysia adalah lebih rendah daripada paras maksimum yang dibenarkan oleh Akta Makanan 1983. Manakala menurut kajian yang telah dilakukan oleh Mat dan Maah



(1994) bahawa kandungan logam Cd, Cu, Pb dan Zn yang terdapat pada kerang (*A. granosa*) dari kawasan Batu Kawan dan Kuala Selangor iaitu  $2.1 - 6.9 \mu\text{g.g}^{-1}$ ;  $4.5 - 3.4 \mu\text{g.g}^{-1}$ ;  $2.9 - 8.4 \mu\text{g.g}^{-1}$  serta  $56 - 64 \mu\text{g.g}^{-1}$ . Sementara itu kajian yang telah dilakukan oleh Yusof, *et.al* (1994a) pada spesies hidupan marin yang diambil dari kawasan perairan Johor mendapati bahawa kandungan logam As pada kerang (*A. granosa*) adalah  $1.2 \mu\text{g.g}^{-1}$ , pada kupang (*Perna viridis*) adalah  $< 0.1 \mu\text{g.g}^{-1}$ , manakala untuk logam Cr pada kupang (*Perna viridis*) adalah  $1.45 \mu\text{g.g}^{-1}$ .

Menurut Akta Makanan 1983, paras maksimum yang dibenarkan untuk logam As, Cd, Cu, Hg, Pb dan Zn di dalam makanan laut adalah  $1.0 \mu\text{g.g}^{-1}$ ,  $1.0 \mu\text{g.g}^{-1}$ ,  $30.0 \mu\text{g.g}^{-1}$ ,  $0.5 \mu\text{g.g}^{-1}$ , 2 dan  $100 \mu\text{g.g}^{-1}$ . Bagaimanapun memandangkan pertumbuhan industri dan pembukaan tanah yang semakin pesat di Semenanjung Malaysia, dikuatiri kadar pencemaran ke atas perairan laut akan semakin membimbangkan kerana peningkatan kadar pencemaran ke persekitaran hampir seiring dengan pertumbuhan industri dan pemodenan (Jabatan Alam Sekitar, 1988). Selari dengan itu, memandang ramainya masyarakat yang memakan makanan laut sebagai salah satu sumber protein haiwan, dikuatiri akan terdedah dengan adanya beberapa logam toksik yang terkumpul ke dalam badan haiwan berkenaan, juga memandangkan risiko yang bakal dihadapi oleh mereka yang memakan makanan laut yang tercemar oleh logam-logam toksik, maka pemantauan terhadap spesies haiwan bercangkerang ini juga telah dijalankan.

## 1.2 Objektif

Sepanjang tahun 1995, sejumlah 92 kes kejadian tumpahan minyak telah berlaku. Lima puluh kes berpunca daripada kapal, di mana salah satu daripada kes tersebut melibatkan kerosakan operasi sebuah kilang simen yang mengakibatkan penyaluran air berminyak terus ke dalam laut (Jabatan Alam Sekitar, 1995).

Di samping itu berdasarkan Laporan Kualiti Alam Sekeliling tahun 1996, terdapat beberapa logam surihan yang telah mencemari perairan marin yang mana kepekataannya telah melebihi daripada paras yang dibenarkan oleh Standard Interim Marin (Jabatan Alam Sekitar, 1996).

Oleh kerana memandangkan kehadiran logam-logam berat mungkin akan mendatangkan kesan yang amat merbahaya bagi alam sekitar dan kehidupan umat manusia yang memakan makanannya daripada hidupan marin, maka pemantauan perlu dilakukan. Sasaran pilihan untuk tujuan kajian ini adalah air, enapan dan haiwan bercangkerang yang terdapat di sekitar pesisiran pantai barat dan timur Semenanjung Malaysia. Secara keseluruhannya kajian ini mempunyai beberapa objektif utama. Pertama, mengenalpasti beberapa logam pencemar yang terdapat di daerah pesisiran pantai barat dan timur Semenanjung Malaysia. Kedua, membandingkan kehadiran tingkat pencemar yang diperoleh. Ketiga, menggunakan spesies bercangkerang sebagai penunjuk-bio terhadap beberapa logam pencemar yang berlaku ke atas perairan laut.

Kajian ini bertujuan untuk menonjolkan salah satu aspek utama pencemaran ke atas perairan laut dan kesannya terhadap persekitaran. Kajian tertumpu kepada bahan pencemar yang dikelaskan sebagai logam-logam berat serta unsur surihan. Diharapkan kajian ini dapat membantu dalam menilai sejauh manakah pencemaran ini telah berlaku di persekitaran pesisiran pantai semenanjung Malaysia, membangunkan data asas daripada setiap lokasi pensampelan yang dipilih, mendapatkan suatu tren dan taburan pencemaran serta jenis logam pencemar mengikut keutamaan. Kajian ke atas haiwan bercangkerang adalah bertujuan mengetahui sejauh mana telah terjadi penumpukan logam –logam berat dan toksik di dalam tisuanya. Suatu penilaian juga dibuat untuk memastikan apakah ianya selamat untuk di makan. Kerana setiap spesies memiliki kemampuan yang berbeza dalam mengumpulkan logam-logam berat, maka kajian ini dibuat untuk mendapatkan spesies manakah yang sesuai sebagai penunjuk-bio terhadap logam pencemar tertentu.

### 1.3 Logam Berat

#### 1.3.1 Pendahuluan

Istilah logam berat ditakrifkan sebagai logam yang memiliki ketumpatan lebih daripada 4 dan 5, tetapi tidak termasuk golongan lantanida dan aktinida kerana golongan ini memiliki sifat-sifat kimia yang berbeza (Nieboer dan Richardson, 1980).

Pengkelasan logam yang telah dilakukan oleh Nieboer dan Richardson (1980) ke dalam kelas A, kelas perantaraan dan kelas B menjadi sangat berguna dalam kajian alam sekitar.

Antara toksikologi, istilah logam berat telah digunakan ke atas logam yang telah menunjukkan masalah kepada alam sekitar. Logam-logam berat tersebut adalah Cd, Hg, Zn, Cu, Ni, Cr, Pb, Co, V, Ti, Fe, Mn, Ag, Sn (Rainbow, 1985; Hopkin, 1989; Bryan dan Langston, 1992). Unsur metalloid seperti As dan Se juga termasuk ke dalam golongan logam berat kerana dapat memiliki sifat sebagai logam. Oleh kerana itu berdasarkan takrifan di atas, maka semua logam –logam berat termasuk ke dalam kelompok perantaraan dan kelompok B.

**Jadual 1.1 :** Pengkelasan beberapa logam yang diperlukan dan yang tak diperlukan ke dalam kelompok A, kelompok B dan kelompok perantaraan didasarkan pada pengkelasan oleh Nieboer dan Richardson (1980).

Kelompok A	Kelompok perantaraan	Kelompok B
Kalsium (Ca)	Zink (Zn)	Kadmium (Cd)
Magnesium (Mg)	Plumbum (Pb)	Kuprum (Cu)
Mangan (Mn)	Besi (Fe)	Merkuri (Hg)
Kalium (K)	Kromium (Cr)	Argentum (Ag)
Strontium (Sr)	Kobalt (Co)	
Natrium (Na)	Nikel (Ni)	
	Arsenik (As)	
	Vanadium (V)	

Logam Cd, Hg dan Pb memiliki perhatian yang sangat besar di dalam kajian alam sekitar kerana ketoksikan daripada logam-logam tersebut amat berbahaya bagi kesihatan manusia. Disamping logam Cd, Hg dan Pb, logam Cu, Zn, Fe dan Ni juga turut mendapatkan perhatian serupa di dalam kajian alam sekitar (Nriagu, 1979). Manakala unsur As dan Se mendapat perhatian untuk kajian secara terperinci terutama terhadap kajian biologi (Philips, 1990; Jackson, 1991).

### 1.3.2 Logam-Logam Berat

Logam-logam berat adalah bahan kimia yang bersifat racun bagi manusia kerana kehadirannya di dalam tubuh dapat mengganggu berlangsungnya proses metabolisme. Sebagai contoh adalah logam Pb yang terkandung dalam darah akan mempengaruhi aktiviti enzim yang berperanan dalam pembentukan hemoglobin. Selain daripada Pb, logam berat yang sangat berbahaya adalah Hg, Cd dan As. Unsur-unsur ini ditemukan berada dalam peringkat yang toksik pada lokasi tertentu. Logam-logam berat sebagai pencemar air dan makanan dapat berpindah dari satu tempat ke tempat lain melalui udara dan sebahagian yang lain terjerap melalui ampaian pepejal.

#### 1.3.2.1 Arsenik (As).

Arsenik merupakan unsur yang bersifat metaloid dengan nombor atom 33 serta merupakan unsur daripada kumpulan kelima dalam jadual berkala. Arsenik memiliki bilangan valensi +5, +3 dan -3 di dalam sebatianannya. Secara semulajadi unsur As memiliki isotop yang stabil iaitu isotop 75. Arsenik dalam bentuk sebatianannya telah lama digunakan sebagai pestisid dalam bidang pertanian, khasnya untuk pertumbuhan buah anggur  $[Pb_3(AsO_4)_2]$ , perladangan buah-buahan  $[3Cu(AsO_2)_2.Cu(CH_3COO)_2]$  dan untuk tanaman hutan  $[Ca_3(AsO_4)_2]$  serta banyak digunakan dalam industri pembuatan cat.

Banyak sebatian daripada As yang masih digunakan untuk tujuan pengawetan kapas dan kayu. Arsenik telah banyak digunakan di dalam pengeluaran aloi Pb dan Cu, pembuatan kaca dan pembuatan bahan semikonduktor.

Di dalam alam sekitar, As boleh wujud sama ada dalam bentuk organik atau tak organik. Arsenik takorganik lebih toksik daripada As yang organik (Subramanian, *et.al* 1984). Kehadiran As di dalam sistem marin berlaku secara semula jadi mahupun secara antropogenik. Secara semula jadi As terhasil daripada kerak bumi, hakisan tanah, letupan gunung berapi serta kebakaran hutan. Sementara itu secara antropogenik, arsenik boleh menjana ke dalam sistem marin melalui proses buangan yang berasal dari industri pengawetan kayu, industri pembuatan kaca, industri elektronik, industri pembuatan aloi, mahupun aktiviti manusia dalam bidang pertanian. Di samping itu aktiviti perlombongan arang batu boleh menyebabkan kawasan persekitaran dicemari oleh As sehingga 100 - 2500 mg.kg<sup>-1</sup> di dalam tanah. Larutan As berasid iaitu dalam bentuk arsenat dan As oksida telah digunakan dalam industri sebanyak 100 tan per tahun (Fowler, 1983).

Di dalam air laut, As berada dengan kepekatan yang sangat rendah iaitu antara 0.002 – 0.005 mg.L<sup>-1</sup> (Seiler, *et.al* 1994). Manakala dalam haiwan dwicangkerang pula mengandungi As dalam julat 1.6–2.9 mg.kg<sup>-1</sup>. Kajian yang telah dilakukan oleh David Haynes, *et.al* (1995) pada tahun 1991 telah mendapatkan bahawa kepekatan As yang terdapat pada haiwan sejenis kupang (*Donax deltoides*) iaitu dalam julat 9.44 – 12.00 µg.g<sup>-1</sup>.

Pada asalnya As merupakan unsur perlu bagi mengawal metabolisme tubuh tetapi ianya dapat bertukar menjadi toksik pada kepekatan tertentu. Arsenik yang bersifat toksik menyebabkan pelbagai penyakit di antaranya gangguan sistem saraf periferi, gangguan usus, penyakit hati, barah, bengkak paru-paru dan barah paru-paru, kulit, serta dapat menyebabkan kelainan kromosom. Manakala dalam jumlah tertentu As dapat digunakan untuk merawat penyakit kulit (Aswathanarayana, 1995). Menurut arahan yang dikeluarkan oleh FAO/WHO, jumlah As yang dibolehkan dalam satu minggu adalah 15 ug/berat badan. Sementara itu Akta Makanan 1983 dan Peraturan

Makanan di Malaysia mensyaratkan bahawa kandungan As dalam makanan yang diperdagangkan mestilah kurang daripada  $1 \mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ .

### 1.3.2.2 Kadmium (Cd)

Kadmium adalah unsur yang tidak diperlukan serta tidak menguntungkan secara biologi. Unsur dan sebatianannya adalah termasuk di dalam senarai zat yang bersifat toksik menurut EPA dan dapat menimbulkan kesan penyakit “ itai-itai” serta tidak berfungsinya otot.

Dalam air, kadmium berada dalam keadaan bermuatan +2, larut dalam asid mineral tetapi tak larut dalam bes kuat, membentuk kompleks yang larut dengan ligan amonia, sianida dan halida. Kadmium yang larut akan bertindak balas dengan anion seperti karbonat, fosfat, oksalat, sulfida dan hidroksida alkali untuk membentuk enapan yang tak larut. Kadmium dan sebatianannya memiliki berbagai-bagai kegunaan. Sebagai contoh logamnya dapat digunakan sebagai campuran aloi, sebagai pelindung neutron dalam reaktor nuklear dan sebagai pateri yang lunak serta digunakan pada industri bateri. Dalam industri saduran, logam kadmium berfungsi untuk melindungi logam daripada kakisan. Sebatian kadmium suksinat digunakan sebagai campuran dalam baja tanaman.

Laporan yang telah dikeluarkan oleh Seiler, *et. al* (1994) bahawa pengeluaran dan pemakaian kadmium di seluruh dunia pada tahun 1989 dan 1990 adalah 17000 tan/tahun dan 18000 tan/tahun masing-masing. Sumber-sumber yang dikenalpasti telah mengeluarkan kadmium kepada udara, air dan tanah adalah industri pembuatan keluli, industri logam bukan besi, industri pembuatan zat pewarna, industri bateri serta industri semen. Manakala emisi antropogenik lainnya adalah abu yang berasal daripada pembakaran minyak, pembakaran hasil buangan dan pembakaran batu bara . Kadmium juga dijumpai dalam batuan bumi dengan kepekatan purata iaitu  $0.11 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$  dan pada

bahagian atas litosfera kepekannya adalah  $0.5 \text{ mg.kg}^{-1}$ . Kandungan Cd dalam arang batu adalah  $0.01$  hingga  $65 \text{ mg.kg}^{-1}$  dan lebih daripada  $1 \text{ mg.kg}^{-1}$  dalam minyak mentah. Manakala dalam sedimen marin adalah  $0.1$  hingga  $1 \text{ mg.kg}^{-1}$ . Tanah secara amnya mengandungi kadmium kurang daripada  $0.5 \text{ mg.kg}^{-1}$  (Herold dan Robert, 1994).

Pada hakikatnya kadmium adalah unsur minor di dalam air laut dan air tawar, tetapi ia boleh menjadi banyak akibat daripada aktiviti manusia. Air laut yang tidak tercemar mengandungi Cd dengan kepekatan sebesar  $0.001\text{-}0.05 \text{ }\mu\text{g.L}^{-1}$  (Stoeppler, 1992). Seperti logam berat lainnya, Cd juga berkeupayaan untuk menumpuk di dalam rantai makanan laut. Beberapa macam haiwan seperti hidupan dwicangkerang, tiram dan ikan salmon boleh mengumpulkan Cd lebih daripada 12000 kali (41, 44, 49, 90). Tiram boleh mengandungi Cd dengan kepekatan  $1\text{-}12 \text{ mg.kg}^{-1}$  (Stoeppler, 1992). Manakala kupang pula mengandungi Cd dengan julat  $1\text{-}20 \text{ mg.kg}^{-1}$ . (Stoeppler, 1992). Sementara itu kajian yang telah dilakukan oleh Yusof, *et.al* (1994a), telah mendapati bahawa kandungan Cd yang terdapat pada kupang (*Perna viridis*) adalah sebesar  $0.2 \text{ }\mu\text{g.g}^{-1}$ . Kandungan Cd yang terdapat pada kerang yang diambil dari kawasan Kuala Selangor dan Batu Kawan masing-masing adalah  $6.9 \text{ }\mu\text{g.g}^{-1}$  dan  $2.1 \text{ }\mu\text{g.g}^{-1}$  (Mat dan Maah, 1994). Sejenis kupang (*Mytilus galloprovincialis*) yang berasal dari pantai NW Mediterranean, Perancis mengandungi Cd dengan kepekatan di antara  $0.92 \text{ }\mu\text{g.g}^{-1}$  dan  $1.19 \text{ }\mu\text{g.g}^{-1}$  (Stien, *et.al* 1998). Manakala kandungan Cd dalam kerang (*Corbicula fluminea*) yang berasal daripada perairan pantai Rio de la Plata, Argentina adalah  $0.5\text{-}1.9 \text{ }\mu\text{g.g}^{-1}$  (Bilos, *et.al* 1998). Tanah yang telah tercemar boleh mengandungi Cd dengan kepekatan  $0.2\text{-}50 \text{ mg.kg}^{-1}$  sementara itu tanah tak tercemar mengandungi Cd dengan kepekatan  $0.01\text{-}0.5 \text{ mg.kg}^{-1}$  (Stoeppler, 1992).

Pencemaran kadmium yang telah berlaku pada permukaan air telahpun dilaporkan di Amerika Syarikat pada tahun 1953 dan di Jepun tahun 1943 (Nriagu, 1979). Dalam satu kajian di Long Island, New York pencemaran air tanah oleh buangan daripada industri penyaduran elektrik memberikan kepekatan Cd sebesar  $3.2 \text{ mg.L}^{-1}$  (Nriagu, 1979). Sumber utama Cd di dalam makanan adalah berasal daripada makanan laut dan makanan yang berupa bijirin.

Kadmium adalah unsur yang tidak diperlukan bagi tanaman, haiwan dan manusia. Dos yang tinggi daripada Cd melalui pencernaan dan pernafasan dapat menyebabkan kesan toksik bagi manusia. Kesan akut dapat dilihat pada saluran pernafasan dan pencernaan. Kadmium terkumpul paling mustahak di dalam ginjal dengan separuh hayat biologi antara 10-20 tahun. Pendedahan kadmium yang lama dapat menyebabkan kesan gangguan ginjal. Maka logam Cd boleh menyebabkan kesan sakit pada manusia dengan kepekatan sebesar 13-15  $\mu\text{g}$ . Oleh kerana itu dianjurkan bahawa pengambilan Cd daripada makanan adalah 0.95-1.19 mg per satu kg berat badan (Jabatan Alam Sekitar, 1988). Dos maut bagi keracunan Cd adalah 10 mg (Akta Makanan, 1983). Manakala WHO telah memberikan kriteria bahawa pendedahan logam Cd hingga mencapai 5  $\text{mg}\cdot\text{m}^{-3}$  selama 8 jam boleh menyebabkan kematian (Herold dan Robert, 1994).

#### 1.3.2.3 Kromium (Cr)

Kromium merupakan unsur yang berlimpah terdapat pada batuan bumi iaitu sebesar 0.01 % dari berat kerak bumi, peringkat ke 21 di antara unsur-unsur yang ada. Bijih utama daripada kromium adalah kromit,  $\text{FeO}\cdot\text{Cr}_2\text{O}_3$  (Cotton dan Wilkinson, 1980). Logam kromium banyak digunakan untuk menyalut logam-logam lain untuk memberikan logam ini penyahliutan yang berkilau dengan perintang kakisan. Penggunaan penting yang lain ialah di dalam keluli perintang karat, yang mengandungi 12-15 % kromium. Kromium lengai terhadap serangan asid nitrik, asid fosforik dan aqua regia pada suhu bilik. Kegunaan utama daripada sebatian kromium adalah dalam penghasilan pigmen (banyak digunakan pada dakwat, cat, kertas, getah dan campuran penutup lantai), kegunaan kedua daripada pengeluaran garam kromium adalah sebagai agen penyamakan kulit, pengawetan kayu, fungisid dan antipengkaratan (Hamilton dan Wetterhahn, 1988). Kromium juga banyak digunakan dalam pencampuran logam aloi seperti keluli nirkarat, sebagai perlindungan logam dan magnetik. Kromium di dalam campuran aloi nikel-kromium-besi yang di kenal sebagai nikrom digunakan sebagai elemen pemanas elektrik (Herold dan Fitzgerald, 1994). Di dunia, penggunaan kromium



serta sebatianannya dianggarkan mencapai 10-100 juta ton per tahun (Mason dan Moore, 1982).

Kromium banyak terdapat di merata tempat antaranya di atmosfera, biosfera, hidrosfera dan batuan bumi. Di dalam batuan bumi, purata kandungan kromium adalah  $100 \mu\text{g.g}^{-1}$ . Di dalam air laut, kandungannya adalah sekitar 0.5 ppb, di dalam ladang tanaman adalah  $0.23 \mu\text{g.g}^{-1}$  dan  $1 \mu\text{g.g}^{-1}$  adalah di dalam tanaman laut (Mason dan Moore, 1982). Berdasarkan laporan (Yusof dan Wood, 1993) bahawa sedimen yang berasal dari pantai Selatan Johor mengandungi Cr yang cukup tinggi adalah 198 – 324  $\mu\text{g.g}^{-1}$ .

Industri yang paling utama mendedahkan kromium kepada alam sekitar adalah industri pencetakan keluli nirkarat, industri pengeluar kromat, industri pembuatan cat krom, pengeluar ferokrom, penyamakan kulit, dan industri pengeluar pigmen krom. Purata kandungan Cr (VI) dalam bentuk wasap dan abu yang terdapat di udara sekitaran pada lokasi industri di atas adalah 5–1000  $\mu\text{g/m}^3$  (Stern, 1982). Menurut laporan yang dikeluarkan U.S.EPA bahawa jumlah emisi Cr ke atas udara sekitaran yang terjadi di Amerika Syarikat adalah 2750-2950 ton per tahun (Departement of Health and Human Service, 1991). Di samping udara, sistem perairan laut juga ikut terdedah oleh pencemaran Cr, terutama kepada hidupan lautnya. Pemantauan yang telah dilakukan oleh U.S. National Marine Fisheries Service (NMFS) terhadap beberapa jenis haiwan bercangkerang telah menemukan bahawa kandungan Cr adalah dalam julat 0.1–0.9  $\mu\text{g.g}^{-1}$  (Katz dan Salem, 1994). Kupang (*Perna viridis*) yang berasal daripada perairan pantai Johor Selatan mengandungi Cr dengan kepekatan  $1.45 \mu\text{g.g}^{-1}$  (Yusof, *et.al* 1994a). Sejenis kerang (*Corbicula fluminea*) dari perairan pantai Rio de la Plata, Argentina mengandungi Cr dengan kepekatan 1.3–11  $\mu\text{g.g}^{-1}$  (Bilos, *et.al* 1998).

Kromium merupakan salah satu unsur surihan nutrien yang diperlukan oleh manusia. Oleh kerana itu, kekurangan unsur Cr dalam tubuh dapat menyebabkan penyakit katarak dan kerosakan pada kornea mata (Katz dan Salem, 1994). Sebaliknya pendedahan terhadap beberapa sebatian kromium boleh menyebabkan asma, kanser

paru-paru dan hidung, barah hidung dan kulit serta memberi kesan alergik pada kulit (Hamilton dan Wetterhahn, 1988). Kini dianggarkan bagi setiap orang bahawa pemasukan unsur Cr ke dalam tubuh manusia adalah 0.03-0.1 mg/hari. Jumlah yang dianggap selamat dan sesuai bagi pengambilan Cr adalah 50-200  $\mu\text{g}/\text{hari}$  (NAS/NRC, 1989). Menurut laporan daripada National Research Council, purata pemasukan bagi Cr di Amerika Syarikat adalah 62  $\mu\text{g}/\text{hari}$  (NAS/NRC, 1980). Sebaliknya di beberapa negara seperti negara Finland, Sweden dan Switzerland, jumlah pemasukan unsur Cr per harinya adalah 50  $\mu\text{g}/\text{hari}$  (Kumpulainen, 1992). Di Malaysia, Akta Makanan 1983 dan Peraturan Makanan 1985 telah mensyaratkan bahawa had maksimum kandungan Cr di dalam makanan yang dibenarkan adalah  $1.0 \mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ .

#### 1.3.2.4 Kuprum (Cu)

Kuprum adalah logam ketiga yang banyak dihasilkan selepas besi dan aluminium, termasuk di dalam kelompok logam berat yang berwarna kemerah-merahan dan memiliki berat atom 63.5. Pembentukan dua siri sebatian Cu yang penting adalah dalam bentuk ion  $\text{Cu}^+$  dan ion  $\text{Cu}^{2+}$ . Berdasarkan struktur elektronnya, ion kuprum menunjukkan sifat-sifat logam peralihan sehingga boleh membentuk kompleks dan menunjukkan sifat paramagnetik.

Dalam alam, secara amnya kuprum berada dalam bentuk oksida dan sulfida, antara yang paling banyak adalah dalam bentuk kalkopirit ( $\text{CuFeS}_2$ ). Dalam alam sekitar yang bersifat asid ( $\text{pH} < 7$ ),  $\text{Cu}^{2+}$  merupakan keadaan pengoksidaan yang paling dominan, manakala pada keadaan pH 6 hingga 8, spesies yang paling dominan adalah  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Cu}(\text{OH})_2$ ,  $\text{CuHCO}_3^+$ ,  $\text{CuCO}_3$  dan  $\text{CuOH}^+$  (Bodek, *et.al* 1988).

Di samping bersifat sebagai konduktor haba dan elektrik yang baik, kuprum juga merupakan suatu logam yang amat berguna. Di antara kegunaannya adalah untuk membuat barang-barang elektrik, membuat alat-alat memanas, membuat perhiasan dan

wang siling, untuk penyaduran bahan-bahan tertentu dan membuat aloi. Larutan Cu juga digunakan pada industri pengeluaran tekstil dan berguna sebagai pemangkin pada berbagai-bagai proses kimia.

Kuprum juga mendapat perhatian kerana ia memberikan kesan kepada kesihatan manusia. Sumber antropogenik telah menyumbangkan sekitar 75 % jumlah Cu per tahun atau 56.juta kg /tahun (Nriagu, 1979). Sumber emisi utama daripada pencemaran Cu ke atas sekitaran adalah adanya proses metalurgi kuprum, proses pengimpalan, serta proses pembuatan loyang. Kuprum yang terdapat dalam tanah berasal daripada pengaruh perubahan cuaca terhadap residu atau perjalanan bahan induk (*parent material*) serta beberapa sumber antropogenik. Jumlah kandungan Cu dalam tanah di U.K. adalah  $1-50 \mu\text{g.g}^{-1}$  (Thornton, 1979) tetapi boleh menjadi lebih tinggi kerana terjadinya proses mineralisasi bahan asal serta adanya emisi peleburan logam.

Di Malaysia, kandungan Cu dalam tanah juga berbeza-beza bergantung keadaan tanah serta bahan asalnya. Menurut Lee, *et.al* (1992) (dlm. Khanif dan Salmijah, 1996) kandungan Cu dalam tanah yang berasal dari Tampin adalah  $21-36 \text{ mg.kg}^{-1}$  dengan siri tanah Granit; Kulai;  $24-56 \text{ mg.kg}^{-1}$  dengan jenis siri Riolit, Segamat;  $102-146 \text{ mg.kg}^{-1}$  dengan siri tanah Andesit, Kuantan;  $172-208 \text{ mg.kg}^{-1}$ , dengan siri tanah Basalt dan dari Prang;  $80-96 \text{ mg.kg}^{-1}$  dengan siri tanah Skist. Kandungan logam Cu dalam sedimen yang berasal daripada perairan pantai Johor telah di laporkan oleh Yusof dan Wood (1993) adalah dalam julat  $70.3-185 \mu\text{g.g}^{-1}$ , dari Kuala Juru adalah  $40.8 \mu\text{g.g}^{-1}$  (Mat, *et.al* 1994).

Kajian pencemaran Cu ke atas haiwan hidupan laut seperti kerang, kupang dan haiwan moluska lainnya telah di jalankan di Malaysia. Antaranya adalah Liong (1983), Devi (1986), Mat dan Maah, (1994), Yusof, *et.al* (1994a). Berdasarkan hasil kajian yang telah dilakukan oleh Devi (1986) bahawa secara keseluruhan kerang yang berasal dari daerah Penang, Perak dan Selangor mengandungi Cu dalam julat  $0.4-3.3 \text{ mg.kg}^{-1}$ , kupang yang berasal dari Perak mengandungi Cu dalam julat  $2.0-2.8 \text{ mg.kg}^{-1}$ . Menurut Mat dan Maah (1994), kandungan Cu dalam kerang adalah 3.4 dan  $4.5 \mu\text{g.g}^{-1}$  berat

kering, manakala menurut laporan Yusof, *et.al* (1994a) kandungan Cu dalam kerang adalah kurang daripada  $2.0 \mu\text{g.g}^{-1}$ .

Menurut Kementerian Kesihatan di Malaysia (1985), pengambilan Cu yang berlebihan akan menyebabkan penyakit barah terutama barah paru-paru. Oleh kerana itu *Recommended Dietary Allowance* (RDA, 1989) telah menetapkan bahawa keperluan unsur Cu bagi orang dewasa adalah 1.5-3 mg /hari. Manakala untuk bayi adalah 0.4-0.6 mg/hari. Akta Makanan (1983) telah menetapkan bahawa kandungan Cu yang dibenarkan dalam makanan adalah  $30 \text{ mg.kg}^{-1}$ .

#### 1.3.2.5 Plumbum (Pb)

Plumbum adalah unsur dengan nombor atom 82, memiliki bilangan pengoksidaan 0, +2 dan +4. Kebanyakan sebatian tak organik Pb berbentuk  $\text{Pb}^{2+}$ . Garam plumbum oksida dan sulfida adalah sedikit larut dalam air, kecuali plumbum asetat, plumbum klorat, serta plumbum klorida (Tsuchiya dan Kenzaburo, 1979). Sebatian tetrametil plumbum dan tetraetil plumbum adalah jenis sebatian plumbum organik yang berfungsi sebagai bahan tambahan (additive) dalam minyak petrol iaitu sebatian ini berfungsi sebagai bahan antiketuk pada kenderaan bermotor.

Dalam bidang industri, penggunaan logam Pb amatlah berperanan. Dalam tahun 1974 sahaja, pengguna terbesar logam Pb adalah industri bateri (40%), industri pengeluaran alkil plumbum (12%), industri pembuatan kabel (9.2%), industri pembuatan aloi (10.8%) dan dalam pembuatan pigmen (12%). Sementara itu dalam tahun 1975 tercatat bahawa penggunaan logam plumbum di seluruh dunia adalah sekitar 4.1 juta tan, dan lebih daripada 50% telah digunakan pada industri automobil, terutamanya bateri dan alkil plumbum (International Lead and Zinc Study Group, 1976). Di Amerika Syarikat, penggunaan Pb yang terpenting hingga mencapai 77% daripada jumlah penggunaan adalah dalam pengeluaran bateri penyimpan (American Bureau of Metal Statistic, 1991). Dalam alam sekitar, Pb hadir dalam bentuk debu dan kompleks ion. Banyak daripada

sebatian Pb mudah dijumpai di persekitaran kerana banyak jenis industri mengeluarkan logam Pb sebagai sisa buangnya (Burrell, 1974). Antara industri berkenaan adalah industri bateri, industri pengeluaran alkil plumbum, industri pembuatan kabel, industri pembuatan aloi dan industri pembuatan pigmen (Tsuchiya dan Kenzaburo, 1979). Di samping industri, kerja-kerja perlombongan juga ikut berperanan dalam mengeluarkan pencemaran Pb.

Lazarus, *et.al* (1970) telah melaporkan bahawa air hujan di U.S. mengandungi kepekatan Pb hingga mencapai  $300 \mu\text{g.L}^{-1}$  manakala di Yokohama, Jepun di dapati pada daerah tempat tinggal mengandungi Pb sebesar  $8 \mu\text{g.L}^{-1}$  dan pada daerah aktivi perdagangan iaitu  $30 \mu\text{g.L}^{-1}$  (Tsuchiya dan Kenzaburo, 1979). Pada daerah yang padat dengan lalu lintas kenderaan bermotor, kandungan Pb dalam air hujan lebih daripada  $100 \mu\text{g.L}^{-1}$  hingga mencapai  $500 \mu\text{g.L}^{-1}$  (Ettinger, 1966). Kandungan Pb secara semula jadi yang terdapat di dalam tanah adalah dalam julat  $2 - 200 \text{ mg.kg}^{-1}$  (NAS, 1972). Menurut laporan lain daripada NAS (1972), bahawa abu jalan raya yang ditemukan di kawasan kediaman serta daerah perdagangan pada 77 tempat di kota Mid Western, U.S.A. telah mencapai  $1600 \text{ mg.kg}^{-1}$  hingga  $2400 \text{ mg.kg}^{-1}$  dan juga dilaporkan bahawa kandungan Pb dalam tanah yang dekat dengan perlombongan Pb di Idaho telah mencapai  $20000 \text{ mg.kg}^{-1}$ . Logam Pb juga ikut mencemari perairan laut serta ekosistem yang ada termasuk hidupan marinnya. Logam Pb akan terkumpul di dalam kebanyakan hidupan marin seperti ikan, spesies bercangkerang serta haiwan lainnya. Menurut data yang diperoleh daripada Eisler (1981), Bryan (1984), Furness dan Rainbow (1990), bahawa haiwan moluska boleh mengumpulkan logam Pb hingga  $40 \mu\text{g.g}^{-1}$  berat kering. Di Malaysia, kajian yang telah di lakukan oleh Yusof, *et.al* (1994a) telah mendapati bahawa kandungan Pb dalam udang (*Panaeus japonicus*) dan ketam (*Portunus pelagicus*) yang berasal dari kawasan pantai Johor masing-masing adalah  $3.00 \mu\text{g.g}^{-1}$  dan  $2.00 \mu\text{g.g}^{-1}$ . Manakala itu kajian yang telah dilakukan oleh Devi (1986) telah mendapati bahawa kandungan Pb di dalam kerang (*Anadara granosa*) yang berasal dari kawasan Penang, Perak dan Selangor iaitu  $0.01-1.63 \mu\text{g.g}^{-1}$ . Kandungan Pb yang didapati di dalam kerang (*Anadara granosa*) yang berasal dari Batu Kawan adalah  $2.9 \mu\text{g.g}^{-1}$  manakala yang berasal dari Kuala Selangor adalah  $8.4 \mu\text{g.g}^{-1}$  (Mat dan Maah,

1994). Menurut laporan Roper, *et.al* (1996), kupang (*Dreissena polymorpha*) yang berasal dari perairan pantai New York boleh mengumpulkan Pb dari  $2.33 \mu\text{g.g}^{-1}$  hingga  $3.28 \mu\text{g.g}^{-1}$  selama masa 34 hari. Haiwan dwicangkerang yang berasal dari perairan laut Barent, Norwegian mengandungi Pb dalam julat  $0.3\text{-}2.0 \mu\text{g.g}^{-1}$  (Kiyko dan Progrebov, 1997).

Plumbum adalah unsur yang sangat toksik bagi kesihatan manusia. Logam Pb yang memasuki tubuh secara berlebihan akan menyerang organ–organ penting seperti tulang, hati, ginjal, otak dan sel saraf. Kajian mendalam daripada kesan unsur Pb terhadap kesihatan anak-anak terbukti telah menunjukkan kesan yang bererti terhadap daya minda dan neuropsikologi (Alexander, *et.al* 1973). Menurut WHO, kemasukan Pb dalam tubuh manusia per hari adalah  $0.007 \text{ mg.kg}^{-1}$  berat badan manusia (WHO, 1970). Di Malaysia, had maksimum daripada kandungan Pb di dalam makanan ikan dan pengeluaran ikan adalah  $2 \mu\text{g.g}^{-1}$  (Akta Makanan, 1983)

#### 1.3.2.6 Selenium (Se)

Selenium merupakan unsur daripada kumpulan ke enam dalam jadual perkalaan unsur dan memiliki sifat yang sama seperti sulfur, termasuk dalam unsur metalloid, kerana dapat bersifat sebagai logam dan bukan logam. Unsur ini memiliki bilangan pengoksidaan  $-2, -1, 0, +2, +4$  dan  $+6$ , sehingga boleh membentuk sebatian dengan unsur lain seperti hidrogen selenida ( $\text{H}_2\text{Se}$ ), kadmium selenida ( $\text{CdSe}$ ), selenium dioksida ( $\text{SeO}_2$ ), natrium selenit ( $\text{Na}_2\text{SeO}_3$ ) serta natrium selenat ( $\text{Na}_2\text{SeO}_4$ ) (NAS, 1976). Di antara beberapa sebatian selenium yang diketahui didapati selenometionina dan selenit adalah lebih toksik daripada selenat (Cooper, 1967).

Sifat fotoelektrik dan semikonduktor yang unik bagi selenium telah menyebabkan ia digunakan secara meluas pada alat fotosel dan pada alat xerografi bateri

solar, transformer dan rektifier yang khusus. Penggunaan yang utama ialah dalam pengeluaran kaca berwarna bagi tujuan perhiasan dan bagi mengurangkan silau serta pemindahan haba (USEPA, 1975). Sebatian organoselenium juga banyak digunakan dalam bidang kesihatan, pertanian dan penternakan. Misalnya sebatian organoselenium sintetik berguna sebagai agen kimoterapeutik yang berpotensi sebagai agen antibakteria (Klayman, 1973), asid o-karboksibenzenaseleninik memberi kesan terhadap sistem saraf autonomik. Sebatian organoselenium juga digunakan di dalam polimer sebagai bahan semikonduktor. Bahan radioaktif  $^{76}\text{Se}$  (selenometionina) digunakan dalam pengimbasan pankreas manusia (Rosenfield and Beath, 1964). Sebanyak 5% daripada selenium disulfida digunakan sebagai agen antikelemumur di dalam syampu. Beberapa tahun terakhir ini unsur selenium disyaki sebagai agen penghambat kanser kerana unsur ini dapat bersifat antagonis kepada beberapa unsur toksik lain seperti merkuri dan kadmium (Ralph dan Cooper, 1974; Philip, 1994.).

Kemasukan antropogenik unsur selenium ke dalam alam sekitar adalah menerusi kegunaannya, pengeluaran dan sumber-sumber lain yang telah menyumbang ke arah pencemaran alam sekitar. Selenium dan garamnya yang digunakan di dalam kaca boleh hilang kepada alam sekitar semasa proses pengendalian dan pengumpulan. Industri kaca di Amerika Syarikat sahaja menganggarkan bahawa lebih kurang 184 tan selenium terbebas ke udara di dalam tahun 1969 (Davies, 1972). Di dalam proses foto cetak, industri tersebut telah menganggarkan bahawa lebih kurang 1 kg per ton daripada Se yang diproseskan atau lebih kurang 135 kg dalam tahun 1972, terbebas ke atmosfera (Davies, 1972).

Di dalam alam sekitar umumnya Se berada pada keadaan ionik seperti selenit dan selenat. Agensi kawalan alam sekitar U.S. telah menyenaraikan kemasukan antropogenik Se ke dalam alam sekitar. Antara pengeluaran tersebut ialah industri kaca yang telah mengeluarkan 200 ton per tahun, pembakaran bahan api minyak iaitu 30 ton per tahun dan pembakaran arang batu iaitu 2500 ton per tahun (USEPA, 1975). Memandangkan hal ini, maka perairan laut serta ekosistem yang ada di dalamnya akan ikut terdedah oleh buangan pencemar Se ini sama ada secara semula jadi atau secara

antropogenik. Menurut laporan daripada Siu dan Berman (1989), bahawa air laut mengandungi Se dengan kepekatan  $0.025-0.27 \mu\text{g.L}^{-1}$ , sedimen,  $0.02-9.6 \mu\text{g.g}^{-1}$  dan tisu biologi daripada hidupan marin iaitu  $0.02-780 \mu\text{g.g}^{-1}$ . Yusof, *et.al* (1998) telah melaporkan kandungan Se(IV) dalam sedimen yang berasal dari sekitar pantai Johor iaitu diantara  $3.93-50.17 \mu\text{g.g}^{-1}$ . Kandungan Se di dalam haiwan moluska adalah  $0.03-3 \mu\text{g.g}^{-1}$  (Furness dan Rainborw, 1990). Kajian yang telah dilakukan oleh Haynes, Leeder dan Rayment (1995) terhadap haiwan dwicangkerang *Donax deltooid* yang berasal dari pantai Victoria, Australia memiliki kandungan Se iaitu  $6.58 - 7.03 \mu\text{g.g}^{-1}$ . Sejenis tiram yang berasal dari perairan Sydney mengandungi Se dalam julat  $0.67-1.47 \mu\text{g.g}^{-1}$  (Scanes, 1996).

Selenium sebagai unsur surihan yang terdapat pada haiwan telah ditemukan oleh Schwarz dan Foltz pada tahun 1957. Keracunan unsur selenium pada haiwan dikenali sebagai penyakit alkali (alkali disease). Kekurangan unsur selenium bersama dengan vitamin E dapat menyebabkan penyakit nekrosis hati dan juga penyakit otot putih serta gangguan penyebaran kalsium (Maryland, 1994; Philip, 1994). Di Republik Cina ditemukan bahawa akibat kekurangan unsur selenium telah menyebabkan terjadinya penyakit kardiomiopati iaitu satu jenis panyakit jantung pada anak-anak yang dikenal sebagai penyakit Keshan dan penyakit Keshin-beck yang merupakan jenis panyakit radang tulang (Ralph dan Cooper, 1974; Philip, 1994).

Pengambilan Se secara harian sesuai yang dibenarkan iaitu  $50 - 200 \mu\text{g}$  per hari. Di New Zealand, dianggarkan bahawa pengambilan Se untuk orang dewasa adalah  $10 \mu\text{g}$  per hari pada daerah yang terkena penyakit Keshan hingga  $25 \mu\text{g}$  per hari (Alexander, 1988), manakala pada daerah lain di Cina adalah  $750 \mu\text{g}$  per hari dengan bukan selenosis. Di Malaysia, had maksimum daripada kandungan logam Se yang dibenarkan di dalam makanan ikan dan hasil ikan adalah  $1-2 \mu\text{g.g}^{-1}$  (Akta Makanan, 1983).



### 1.3.2.7 Zink (Zn)

Zink adalah logam yang termasuk dalam kumpulan IIB dan banyak diperolehi di permukaan bumi. Mineral utama daripada Zn iaitu wujud sebagai kalamit ( $\text{ZnCO}_3$ ), franglinit ( $\text{ZnO}$ ), goslarit [ $\text{Zn}(\text{H}_2\text{SO}_4)\text{H}_2\text{O}$ ]. Dalam bidang perindustrian, Zn banyak digunakan dalam industri pembuatan televisyen, sebagai tabir televisyen, osiloskop, fluoroskop. Zink juga digunakan secara meluas sebagai lapisan pelindung dan aloi, antaranya loyang (Zn dan kuprum).

Di samping berguna dalam industri, Zn juga termasuk unsur surihan yang penting bagi ekosistem marin. Logam ini dikenalpasti berperanan pada sebahagian besar sistem enzim organisma akuatik dan pantai (Coombs, 1972). Seperti logam surih lainnya, Zn dapat menjadi bersifat toksik bila kandungannya melebihi daripada yang diperlukan oleh tubuh. Dalam air laut, Zn berada dalam keadaan terlarut (dalam bentuk ion bebas atau kompleks terlarut), dalam bentuk mendakan, serta dalam bentuk partikel yang berada di permukaan. Zink yang terdapat dalam sistem marin akan terkumpul oleh hidupan laut seperti ikan, krustasia, rumpai laut, haiwan bercangkerang dan yang lainnya melalui kitaran makanan.

Kajian yang telah dilakukan oleh Bryan (1976) terhadap haiwan hidupan laut seperti tiram, telah mendapati bahawa kandungan Zn adalah  $1700 \text{ mg.kg}^{-1}$  berat kering. Manakala dalam haiwan dwicangkerang adalah  $100 \text{ mg.kg}^{-1}$  berat kering. Di Malaysia, kandungan Zn dalam kerang yang diambil dari kawasan Pulau Pinang, Perak dan Selangor adalah dalam julat  $10.9 - 33.7 \text{ mg.kg}^{-1}$ , kemudian kandungannya dalam tiram (*Crassostreas cucullata*) dari kawasan Lekir, Perak adalah  $157.1-198.4 \text{ mg.kg}^{-1}$  (Devi, 1986). Kerang yang berasal dari kawasan Batu Kawan mengandungi Zn hingga  $56 \mu\text{g.g}^{-1}$  dan dari kawasan Kuala Selangor iaitu  $64 \mu\text{g.g}^{-1}$  (Mat dan Maah, 1994). Sementara itu kerang yang berasal dari kawasan Johor mengandungi kepekatan Zn dalam julat  $18.4 - 79.0 \mu\text{g.g}^{-1}$  (Yusof, *et.al* 1994a). Kajian yang telah dilakukan oleh Bilos, *et.al* (1998) terhadap kerang (*Corbicula fluminea*) yang diambil dari perairan pantai Rio de la Plata mendapati bahawa kandungan logam Zn adalah  $118-316 \mu\text{g.g}^{-1}$ .

Dengan kepekatan yang sesuai, unsur Zn ternyata berperanan di dalam tubuh manusia. Menurut Chesters, O'dell dan Hambidge (Seiler, *et.al* 1994) fungsi tambahan unsur surihan Zn antaranya sebagai pelindung membran kerana Zn dapat bersifat sebagai zat anti oksidan terhadap gugusan sulfidril, berperanan dalam membantu proses metabolisme prostaglandin, metabolisme lipid serta ikut berperanan pula pada pertumbuhan mikrob.

Zink adalah unsur yang relatif tidak toksik, namun pada dos yang tinggi (1 g) atau 100 mg/hari selama beberapa bulan boleh menyebabkan kesan sakit. Antaranya adalah gejala pada sistem gastrousus (Solomons dan Cousins, 1984), terjadinya penurunan dalam sintesis heme, penyusutan yang tinggi daripada kekerapan lipoprotein, serta menyebabkan kenaikan keaktifan alkalin fosfat usus dan hati. Dedahan akibat asap dan abu ZnO dapat menyebabkan penyakit radang paru-paru serta penyakit radang pernafasan, batuk, sakit pada kaki dan dada serta muntah-muntah (Elinder and Piscator, 1979). Keperluan Zn per hari bagi manusia adalah 5-10 mg. Batas maksimum daripada pemasukan Zn bagi kanak-kanak adalah  $300 \mu\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}$  per hari, manakala selama masa kehamilan iaitu 15-20 mg per hari dan ketika masa menyusui iaitu lebih dari 25 mg per hari (Agett, 1985). Menurut Akta Makanan (1983) di Malaysia bahawa had pengambilan Zn di dalam makanan ikan dan produksi ikan adalah  $100 \mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$ .

### 1.3.3 Pencemaran Marin

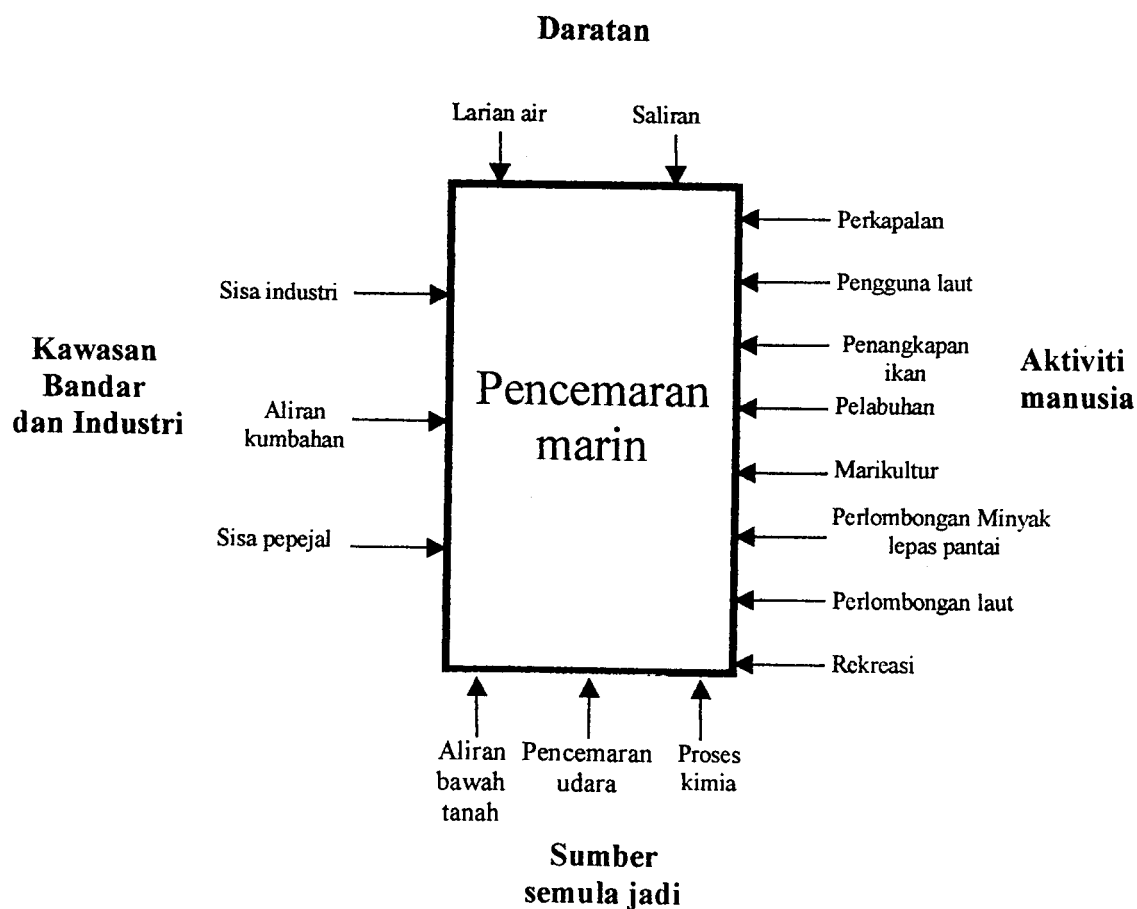
Secara am punca utama pencemaran logam-logam berat ke atas marin terbahagi kepada dua bahagian iaitu kerana proses semula jadi dan kerana aktiviti manusia. Pada keadaan semula jadi, pencemaran boleh terjadi akibat daripada proses hakisan batuan, tanah, biologiikal dan sumber-sumber antropogenik yang dibawa oleh air. Pencemar ini boleh memasuki perairan marin melalui proses pengangkutan yang berupa bahan pepejal terampai yang bermula dari litosfera dan atmosfera menuju kepada sistem akuatik yang

bergerak bersama-sama dengan aliran air. Proses yang terjadi selama pengangkutan ini adalah melibatkan proses biologi, kimia dan fizikal.

Secara khusus punca utama pencemaran air kerana aktiviti manusia boleh dilihat dalam bentuk kumbahan dan buangan domestik, buangan sisa perindustrian dan pembangunan tanah yang menyebabkan hakisan dan kelodakan. Kumbahan dan buangan domestik merupakan punca utama masalah pencemaran air terutama di kawasan yang ramai penduduk seperti bandar-bandar besar. Projek-projek pembangunan tanah pula sama ada untuk pertanian, pembinaan jalan dan infrastruktur lain serta pembinaan perumahan telah menyebabkan hakisan dan kelodakan bagi kawasan berkenaan. Aktiviti lain yang turut menyumbang kepada pencemaran marin adalah kegiatan perkapalan, aktiviti-aktiviti yang berlangsung di pelabuhan, pembangunan industri-industri di sekitar kawasan pantai mahupun pembinaan pangkalan. Secara am sumber utama pencemaran yang berlaku ke atas marin dapat dilihat pada Rajah 1.1.

#### **1.3.4 Kesan ketoksikan logam berat**

Kesan ketoksikan logam berat terhadap kesihatan bergantung kepada kepekatan dan masa pendedahannya. Adanya faktor penyerapan, penyebaran dan penyingkiran logam di dalam tubuh manusia telah mempengaruhi kesan ketoksikan logam (Trieff, 1980). Dalam aspek kesihatan manusia, ketoksikan logam dapat dibahagikan kepada ketoksikan kronik dan ketoksikan akut. Ketoksikan kronik berlaku akibat pendedahan yang berulang –ulang dan dalam jangka masa yang lama terhadap dos logam dengan kuantiti yang rendah. Kesan yang dialami datang secara beransur-ansur serta tanda-tandanya tidak jelas. Pendedahan kepada dos logam yang tinggi dan dalam jangka masa yang singkat pula merupakan faktor yang menyebabkan ketoksikan akut. Oleh sebab itu kesan ketoksikan akut adalah lebih teruk dibandingkan dengan ketoksikan kronik (Williams, 1985)



**Rajah 1.1 :** Sumber-sumber pencemar yang berlaku ke atas marin (Frenkel, 1995)

Logam berat memberi kesan pada organ badan tertentu sama ada dengan mengurangkan atau melambatkan fungsi normal daripada metabolisme yang ada di dalam badan (Walbott, 1978). Mekanisma kesan ketoksikan logam terdiri daripada tiga kategori iaitu halangan terhadap enzim, penukar gantian logam perlu dan penyekatan sintesis heme. Secara am logam dalam bentuk sebatian organologam adalah lebih toksik berbanding sebatian-sebatian logam bukan organik misalnya merkuri dan plumbum, terkecuali adalah arsenik. Biasanya kesan toksik adalah pada takat maksimum bagi kation monopositif yang formal, iaitu spesies terbentuk melalui kehilangan satu kumpulan organik daripada organologam neutral yang sangat tepu seperti  $R_3Pb^+$  dan  $CH_3Hg^+$  (R adalah gugusan alkil). Kesan toksik daripada organologam neutral

(misalnya,  $R_4Pb$ ) selalunya diterbitkan daripada pertukaran kepada  $R_3M^+$  di dalam organisma. Secara biokimia mekanisma ketoksikan adalah terbentuknya koordinatan yang baik kepada atom bes (contoh, S, O, N) yang terdapat pada enzim. Contoh daripada kes ini adalah gugusan sulfidril ( $-SH$ ) yang terdapat pada enzim (berfungsi sebagai pengawal tindak balas metabolik di dalam tubuh manusia) akan mengikat logam-logam berat yang berbentuk kation atau sebatian yang mengandungi logam berat. Hal ini menyebabkan enzim berkenaan tidak dapat berkerja secara normal sehingga mempengaruhi kesihatan tubuh, kadang-kadang boleh mengakibatkan maut. Kesan-kesan toksik yang lain adalah disebabkan oleh terbentuknya koordinatan pada tapak-tapak bukan enzim seperti tiol, hemoglobin dan sitokrom sehingga menyerang sumsum tulang, sistem-sistem pelalian dan logam surih perlu di dalam haiwan. Kesan utama keracunan logam adalah kerosakan sistem saraf pusat yang menyebabkan berbagai-bagai gejala termasuk koma, ataksia (kehilangan keseimbangan), hiperaktiviti, masalah percakapan dan perubahan psikologi tingkah laku.

Berhubung dengan kesan toksik yang akan menimbulkan kesan yang amat berbahaya bagi kesihatan manusia, maka banyak negara mahupun pertubuhan antarabangsa seperti WHO, FAO, dan FDA telah menubuhkan Recommended Dietary Allowances (RDA) untuk menetapkan paras maksimum sesuatu unsur yang dibenarkan di dalam bahan makanan. Di Malaysia, Akta Makanan 1983 dan Peraturan Makanan 1985 memainkan peranan yang sama.

#### **1.4 Penyebaran Logam Melalui Kitaran Makanan**

Logam-logam berat yang terdapat di dalam air boleh berpindah ke dalam badan organisma melalui proses penumpukan dan proses penyingkiran. Beberapa organisma akuatik seperti alga, anelid, artopod, moluska dan ikan boleh melakukan proses pengambilan secara langsung bahan kimia yang terdapat di dalam air. Proses pengambilan ini adalah melalui beberapa cara perpindahan iaitu proses resapan, perpindahan khas dan penyerapan. Mikroorganisma dan mikroflora berkeupayaan

mengumpulkan logam-logam berat di sekitar air ke dalam selnya melalui berbagai-bagai proses. Selanjutnya hidupan marin yang kecil akan memakan kedua-dua jenis mikrob ini. Oleh kerana itu hidupan pemangsa akan mengandungi paras yang lebih tinggi lagi. Akhirnya, manusia sama ada yang memakan hidupan kecil atau pemangsa akan menanggung risiko kesan penumpukan logam yang berpunca daripada air sekitaran ini.

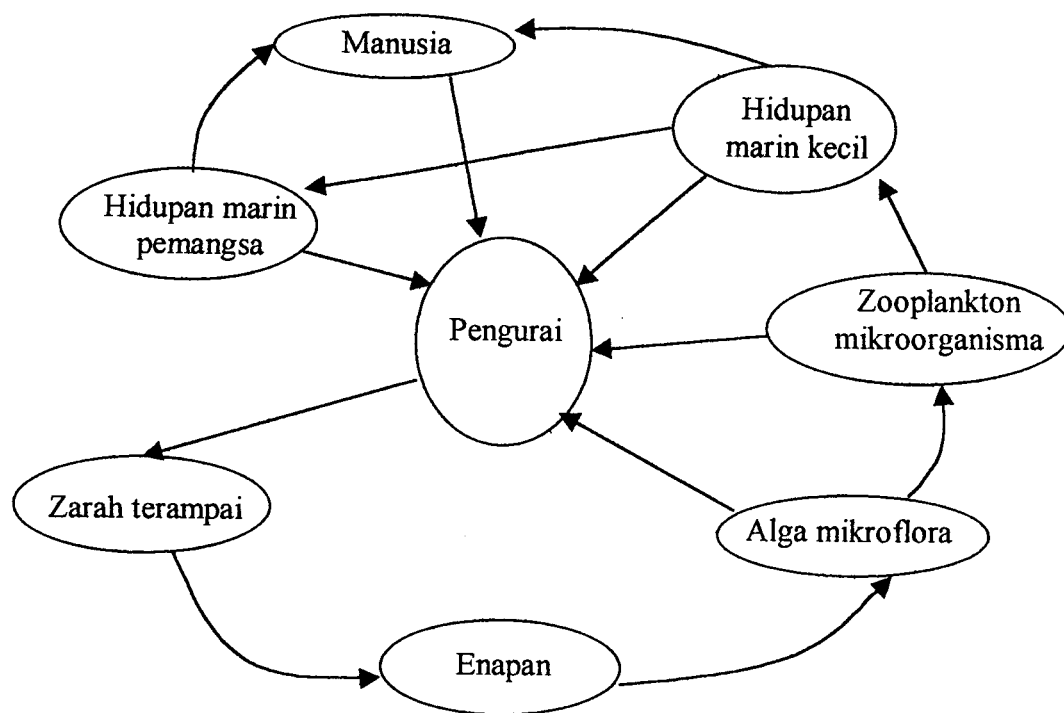
Rajah 1.2 menunjukkan satu rantai makanan tentang bagaimana logam-logam berat yang terdapat di persekitaran air dan sedimen berpindah ke tubuh hidupan marin, seterusnya sampai kepada manusia dan akhirnya kembali semula ke sistem air.

## **1.5 Penunjuk Biologi**

### **1.5.1 Pengenalan**

Istilah penunjuk-bio digunakan sebagai kemampuan suatu organisma yang memberikan petunjuk ke atas kualiti persekitaran berdasarkan kehadiran atau kekerapan sesuatu tumbuhan, haiwan, mikrob atau lain-lain bentuk hidupan (Dewan Bahasa dan Pustaka, 1995). Pemantauan biologi adalah hal penting yang diperlukan untuk menilai kesihatan ekosistem akuatik alam sekitar. Oleh kerana itu penggunaan organisma biologi yang mendiami ekosistem tersebut merupakan pengesan yang asas bagi menilai keadaan ekosistem berkenaan. Organisma biologi telah dikembangkan semenjak tahun 1960-an dengan tujuan untuk memantau buangan radionuklida ke sungai Columbia dan juga ke perairan pantai California. Hal ini dilakukan dengan menganalisis fitoplankton, makroalga, kupang serta ikan (Philips, 1990).

Pada pertengahan tahun 1960-an, penggunaan biota dalam program pemantauan telah menunjukkan kenaikan penggunaannya sebagai penunjuk pencemaran. Di beberapa perairan pantai di U.S penggunaan haiwan dwicangkerang telah dikembangkan untuk memantau pencemaran pestisid (Rainbow dan Furness, 1990). Di U.K. , program



**Rajah 1.2 :** Rantaian perpindahan logam-logam berat daripada air sekitaran kepada manusia

pemantauan telah menggunakan spesies haiwan bercangkerang dan ikan untuk menentukan keadaan pestisid dan logam berat di dalam perairan marin. Terdapat 690 tajuk daripada laporan penyelidikan yang telah disembarkan dalam satu tahun adalah mengenai penggunaan penunjuk biologi untuk kajian air sungai, air laut dan perairan pantai. Terdapat dua jenis kaedah yang telah digunakan iaitu kajian secara makmal yang berkenaan dengan uji ketoksikan (termasuk ujian pengumpulan bio) dan kajian lapangan ke atas populasi semula jadi (termasuk bakteria, benthik invertebrata, alga dan ikan). Penunjuk-bio terdiri daripada beberapa kelompok seperti kelompok mikroorganisma (bakteria, fungi, mikroalga dan protozoa) juga makroorganisma (makrofit, serangga, moluska, cacing dan ikan).

Penunjuk biologi adalah salah satu alat asas dalam program pemantauan ekologi khasnya bila organisma ini mampu mengesan atau menjangka adanya kesan negatif daripada pencemaran. Beberapa penunjuk itu dapat menilai kesihatan alam sekitar sehingga dapat digunakan sebagai pemantau yang asas bagi melindungi spesies yang berfungsi sebagai ukuran kualiti ekosistem (Ghetti, 1980). Organisma biologi telah banyak digunakan oleh manusia untuk menentukan perubahan alam yang setiap hari berubah. Keperluan bagi pemantauan biologi ke atas udara, tanah dan air adalah semakin meningkat kebelakangan ini. Oleh kerana itu menurut Holdgate (1979), ada empat hal informasi yang akan dihasilkan daripada pemantauan, antaranya :

- (a) Zat-zat apa yang memasuki alam sekitar, berapa banyak jumlahnya, dari mana sumber-sumbernya dan bagaimana penyebarannya.
- (b) Kesan dari zat-zat tersebut terhadap alam sekitar.
- (c) Bagaimana tren kepekatan serta kesannya kepada kesihatan manusia yang memakannya.
- (d) Sejauh manakah kemasukan, kepekatan, kesan dan trennya dapat diubahsuai

Pada tahun 1985, sebanyak 132 sampel air dari perairan pantai Perancis telah diuji melalui analisis kimia dan biologi (Ghetti dan Ravera, 1994). Berdasarkan ujian itu ternyata tidak ada ketoksikan yang boleh dikesan melalui analisis kimia, manakala pada analisis biologi melalui ujian toksikologi telah menunjukkan adanya kerosakan yang bererti ke atas alam sekitar.

### **1.5.2 Haiwan Bercangkerang Sebagai Penunjuk-Bio**

Haiwan moluska adalah salah satu jenis spesies daripada haiwan invertebrata dan telah dikembangkan secara teratur sebagai penunjuk-bio dalam alam sekitar perairan dibanding dengan spesies akuatik lainnya. Antara beberapa spesies moluska dwicangkerang telah menunjukkan sebaran geografi yang luas (misalnya; spesies *Mytilus*, *Perna* dan *Crassostrea*) sehingga banyak digunakan dalam kajian tentang



adanya penyebaran logam-logam pencemar pada perairan marin sebagaimana diwujudkan dalam konsep *Mussel Watch* (Golberg, 1975). Haiwan bercangkerang memiliki kemampuan mengumpulkan logam surihan yang bersifat radioaktif mahupun bukan radioaktif dengan faktor kepekatan  $10^3$  hingga lebih dari  $10^6$  bergantung kepada spesies serta logam yang terlibat. Organisma ini memakan melalui penurasan sehingga masuknya logam surihan bukan sahaja melalui makanan dan larutan tetapi melalui penjerapan zarah pepejal takorganik (Moore, 1971 dalam Philips, 1977).

Beberapa penyelidik telah membahas tentang pemilihan bahan atau spesies yang sesuai sebagai penunjuk-bio ke atas pencemaran alam sekitar. Secara amnya ada beberapa ciri yang harus diperhatikan, antaranya (Martin dan Coughtrey, 1982):

1. Organisma mampu mengumpulkan logam dalam jumlah yang boleh diukur.
2. Organisma memiliki jumlah populasi yang banyak dan sebaran yang luas sehingga tidak mempengaruhi di dalam pengambilan sampel.
3. Organisma berkenaan tetap tersedia hingga jangka masa melebihi satu tahun, atau semasa kajian dilakukan.
4. Organisma mampu menunjukkan adanya perbezaan terhadap pengumpulan pencemar yang berkaitan dengan dedahan, sehingga :
  - a. Peringkat pencemaran dapat ditentukan.
  - b. Pembentukan yang lebih kuantitatif berhubungkait dengan kadar pengenapan atau kepekatan udara sekitaran.
5. Mudah dilakukan kebolehulangan.

Berdasarkan pencirian di atas, maka jenis organisma penunjuk yang terbaik bagi kawasan perairan marin adalah spesies moluska, haiwan dwicangkerang dan makroalga dan hal ini ditunjukkan dalam Jadual 1.2. Di antara kelompok tersebut, spesies *Mytilus edulis* merupakan spesies yang terbaik kerana kajian fisiologinya amat banyak, penyebarannya yang meluas pada berbagai-bagai suhu air dan jumlah pengumpulannya diketahui sesuai dengan pemasukan logam dan kandungan logamnya dalam badan air yang berlainan. Makroalga dan haiwan dwicangkerang adalah berkemampuan sebagai

penunjuk pencemaran logam surihan pada beberapa keadaan, tetapi jenis penunjuk ini mencerminkan bahagian daripada jumlah logam surih yang memasuki ekosistem tersebut.

Di negara-negara Eropah, haiwan jenis kupang telah dipilih sebagai haiwan penunjuk-bio pada Program Pemantauan Marin (Marine Monitoring Programs, MMPs) (Philips, 1980). Di Amerika Syarikat melalui agensi perlindungan alam sekitar (Environmental Monitoring and Assessment, EPA), telah memiliki program penilaian dan pemantauan alam sekitar (Environmental Monitoring and Assessment Project, EMAP) dan memasukan haiwan bercangkerang sebagai salah satu penunjuk bagi penilaian ke atas kualiti air sungai, tasik ataupun perairan pantai (Loeb dan Spacie, 1994). Di Rusia, Kiyko dan Pogrebov, (1997) telah menggunakan haiwan dwicangkerang sebagai salah satu penunjuk-bio bagi menentukan keadaan pencemar bahan organik, logam-logam surih dan bahan radionuklida melalui Program Penilaian dan Pemantauan Laut Artik (Arctic Monitoring and Assessment Programme, AMAP).

**Jadual 1.2 :** Faktor pemekatan beberapa kelompok organisma ke atas logam (Schmitz, 1996)

Kelompok Organisma	Faktor pemekatan		
	Cd	Pb	Se
Tumbuhan marin	1,000 x	200 x	800 x
Invertebrat marin	250,000 x	200 x	400 x
Ikan marin	3,000 x	60 x	400 x
Tumbuhan air tawar	1,000 x	200 x	800 x
Invertebrat air tawar	4,000 x	200 x	400 x
Ikan air tawar	3,000 x	60 x	400 x

x = kali

## 1.6 Teknik Analisis

Teknik analisis yang digunakan di dalam kajian ini adalah menggunakan teknik analisis pengaktifan neutron (APN) dan teknik spektroskopi serapan atom (SSA).

### 1.6.1 Analisis Pengaktifan Neutron (APN)

Analisis pengaktifan neutron (APN) adalah suatu teknik analisis yang digunakan untuk menentukan kandungan unsur-unsur utama dan surihan secara kuantitatif dan kualitatif dalam suatu sampel. Teknik ini pada dasarnya melibatkan tindak balas nuklear melalui pendedahan sampel kepada fluks neutron dalam masa tertentu. Pendedahan ini menyebabkan unsur-unsur dalam sampel menjadi bersifat radioaktif. Sinar gama yang dipancarkan oleh radioisotop yang terhasil daripada tindak balas tersebut dapat digunakan untuk penentuan unsur-unsur. Teknik APN dapat dibahagikan kepada empat tahap iaitu tahap penyediaan sampel, pengaktifan secara penyinaran dengan neutron, pemprosesan sampel teraktif (pendinginan), pembilangan dan pengolahan data.

#### 1.6.1.1 Tindak Balas Nuklear ( $n, \gamma$ )

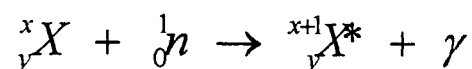
Secara am, tindak balas nuklear antara neutron terma dengan nukleus atom ditulis sebagai tindak balas ( $n, \gamma$ ), yang ditulis sebagai berikut :



iaitu :

- X = nukleus sasaran
- n = zarah penembak (neutron)
- $\gamma$  = sinar yang dipancarkan (sinar gama)
- $X^*$  = bahan radioaktif

Tindak balas dari persamaan 1.1 dapat dituliskan menjadi



Hasil tindak balas adalah bersifat radioaktif terutama jika nisbah bilangan neutron terhadap bilangan proton ( $Z/N$ ) menghampiri had kesetabilan. Tindak balas pengaktifan berlaku adalah tindak balas ( $n, \gamma$ ) dengan sumber neutron berasal daripada reaktor atom. Analisis unsur dilakukan sesuai dengan tenaga sinar gama yang terhasil dari tindak balas nuklear. Untuk analisis unsur As, tenaga sinar gama yang digunakan ialah 559 keV, manakala untuk unsur Cr dan Se masing-masing adalah 320 keV dan 264 keV.

### 1.6.1.2 Penentuan Aktiviti

Bahan-bahan radioaktif yang terbentuk melalui tindak balas nukleus akan menyusut sehingga mencapai 90% dengan memancarkan zarah- $\beta$  dan diikuti oleh sinar- $\gamma$ , dengan tenaga sinar ini menggambarkan jenis bahan radioaktif yang terhasil. Pengukuran sinaran inilah yang dapat menentukan jenis-jenis unsur dalam satu sampel sama ada secara kualitatif dan kuantitatif. Analisis kualitatif berasaskan sifat radioaktif kerana sifat pereputan radioaktif seperti separuh masa,  $t_{1/2}$  dan analisis kuantitatif boleh dilakukan dengan mengkaji keamatan sinar yang dipancarkan. Pengukuran sinaran-sinaran inilah yang dapat menentukan jenis-jenis unsur dalam suatu sampel. Keaktifan bahan radioaktif yang terbentuk digunakan untuk penentuan kadar unsur tersebut dengan menggunakan kaedah perbandingan antara sampel dan piawai, lalu persamaan untuk penentuan unsur menjadi seperti berikut :

$$\frac{A_i \text{ radionuklid piawai}}{A_i \text{ radionuklid sampel}} = \frac{[\text{unsur}] \text{ dalam piawai}}{[\text{unsur}] \text{ dalam sampel}} \times \frac{\text{berat sampel}}{\text{berat piawai}} \quad \text{Pers. (1.2)}$$

$A_i$  adalah aktiviti daripada isotop yang dihasilkan dan ia berkadar terus dengan luas kawasan di bawah puncak foto ( $P$ ). Persamaan 1.2 boleh dituliskan :

$$\frac{P_p}{P_s} = \frac{C_p}{C_s} \times \frac{W_s}{W_p} \quad \text{Pers. (1.3)}$$

sehingga diperoleh persamaan ;

$$C_s = \frac{W_s}{W_p} \times \frac{P_s}{P_p} \times C_p \quad \text{Pers. (1.4)}$$

iaitu:

- $C_s$  = kepekatan unsur di dalam sampel ( $\mu\text{g.g}^{-1}$ )
- $W_p$  = berat piawai (g)
- $W_s$  = berat sampel (g)
- $P_p$  = luas puncak foto unsur dalam piawai (bps)
- $P_s$  = luas puncak foto unsur dalam sampel (bps)
- $C_p$  = kepekatan unsur dalam piawai ( $\mu\text{g.g}^{-1}$ )

Daripada persamaan ini, nilai kepekatan unsur yang terdapat di dalam sampel, iaitu  $C_s$  boleh ditentukan.

### 1.6.1.3 Kelebihan APN

Kaedah APN mempunyai kelebihan dibandingkan dengan cara analisis kimia yang lain antaranya :

- (i) Kaedah ini sangat peka sehingga boleh mengesan kebanyakan unsur ke takat  $10^{-9} \mu\text{g.g}^{-1}$  terutamanya apabila pemisahan kimia dilakukan.
- (ii) Sifat-sifat fizikal daripada sampel asal tidak akan berubah oleh penyinaran neutron selama 1 hingga 2 jam.
- (iii) Berbagai-bagai unsur dalam suatu sampel dapat ditentukan melalui pengesanan sinar- $\gamma$  pada tenaga khusus yang terhasil daripada pancaran bahan radioaktif hasil daripada tindak balas nuklear.

#### 1.6.1.4 Kelemahan APN

Di samping memiliki kelebihan, kaedah ini juga memiliki kelemahan antaranya iaitu (Kruger, 1971):

- (i) Keperluan untuk menangani bahaya bahan radioaktif di samping itu harus mematuhi peraturan kesihatan radiologi dan langkah-langkah keselamatan.
- (ii) Keperluan masa untuk mentafsir data pengukuran sinaran terutamanya apabila unsur memiliki masa hayat yang lama (hingga satu bulan lebih).
- (iii) Sampel yang dikaji harus homogen bentuknya dengan piawai.

#### 1.6.2 Spektroskopi Serapan Atom (SSA)

Pada asasnya spektroskopi serapan atom merupakan teknik yang berhubungan dengan keupayaan atom menyerap tenaga sinaran pada panjang gelombang tertentu daripada suatu unsur. Proses pengatoman sampel dilakukan dengan menggunakan nyalaan bersuhu tinggi dan elektroterma. Nyalaan dihasilkan daripada campuran gas asetilen–udara manakala elektroterma dihasilkan daripada tenaga elektrik.

Proses pengatoman yang terjadi adalah atom-atom pada keadaan aras tenaga yang rendah menyerap sinaran daripada puncak sinaran yang mempunyai panjang gelombang yang bersesuaian dengan unsur atom yang dikaji. Penyerapan ini akan mengubah keamatan sinaran yang dibekalkan dan nilai serapan adalah bersesuaian dengan kadar kepekaan atom unsur. Perubahan nilai keamatan sinaran adalah berdasarkan kepada hukum Beer-Lambert iaitu :

$$A = \log \frac{I}{I_0} = a.b.c \quad \text{Pers. (1.5)}$$

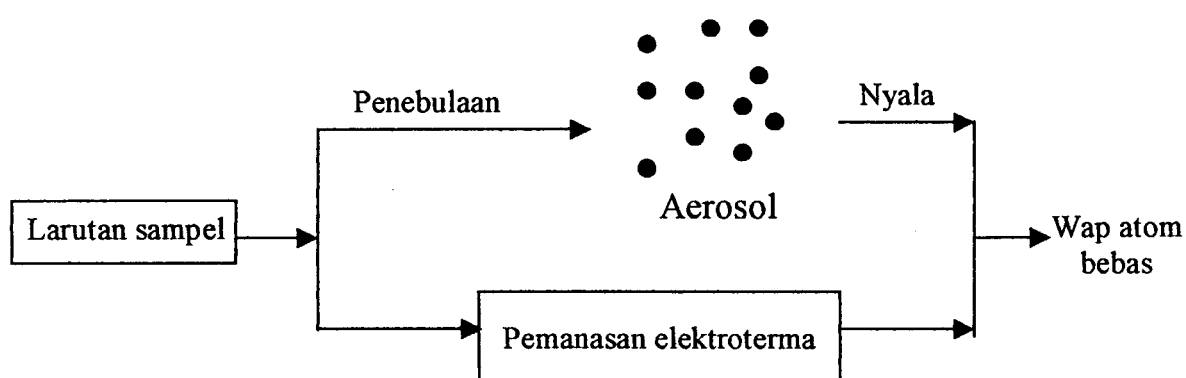
A = serapan

I = keamatan sinaran akhir

I<sub>0</sub> = keamatan sinaran awal

- a = pemalar
- b = jarak laluan
- c = kepekatan atom unsur

Berdasarkan Pers. 1.5 analisis dapat dilakukan secara langsung iaitu dengan menggunakan suatu persamaan linear atau dengan melakukan penambahan larutan piawai.



**Rajah 1.3 :** Proses pengubahan analit menjadi atom bebas

#### 1.6.2.1 Kaedah Relau Grafit (GFAAS)

Kaedah relau grafit adalah kaedah spektroskopi atom yang menggunakan pengatoman secara elektroterma. Tiub grafit ditempatkan di dalam ruang penempatan sampel dan sinaran cahaya yang terhasil daripada suatu sumber cahaya iaitu lampu katod berongga dibenarkan melalui tiub ini. Atom-atom bebas yang dihasilkan daripada proses elektroterma ini akan diujakan ke paras tenaga yang lebih tinggi oleh satu sumber cahaya yang mengeluarkan garis-garis spektra yang sempit dan mengandungi tenaga tertentu.

Proses analisis yang berlaku adalah larutan sampel dalam isipadu yang kecil (10-100 $\mu$ L) dimasukkan ke dalam tiub melalui lubang yang terletak di tengah-tengah dinding tiub grafit. Tiub tersebut kemudiannya dipanaskan berdasarkan kepada suhu yang telah diaturcarakan untuk tiga peringkat utama iaitu pengeringan, pengabuan, dan pengatoman sampel. Atom diujakan oleh sinaran ultralembayung-nampak yang mempunyai panjang gelombang tertentu dan penurunan tenaga yang terjadi bagi sinaran unsur itu akan diukur. Jumlah serapan sinaran adalah berkadar terus dengan kepekatan atom-atom bebas sesuai dengan Hukum Beer-Lambert. (Chapple dan Athanosopoulos, 1991)

#### **1.6.2.2 Kelebihan Kaedah Relau Grafit (GFAAS)**

Kaedah relau grafit ini telah digunakan secara meluas di dalam menganalisis unsur-unsur logam berat mahupun logam surihan. Sampel-sampel yang boleh dianalisis termasuklah sampel tumbuhan, biologi, geologi, petroleum, kaca, simen, batuan, air dan udara. Julat pengesanan bagi kaedah GFAAS adalah dalam julat ppb untuk kebanyakan unsur yang dianalisis. Walaupun isi padu sampel yang diperlukan oleh tiub adalah sedikit (20  $\mu$ L) namun boleh menghasilkan kepekaan hingga 20-1000 kali berbanding dengan kaedah nyala (FAAS). Had pengesanan bagi kaedah ini adalah rendah iaitu  $10^{-3}$  hingga  $10^{-13}$  g analit (Skoog, *et.al* 1996)

#### **1.6.2.3 Kelemahan Kaedah Relau Grafit (GFAAS)**

Kelemahan kaedah ini antaranya adalah hanya boleh menganalisis sejenis unsur pada satu masa operasi kerana unsur yang berlainan akan menggunakan sumber cahaya yang berlainan. Langkah penyediaan sampel haruslah spesifik bergantung kepada matriks yang wujud dalam sampel dan kepekatan unsur dalam larutan demi menghindari



terjadinya gangguan spektra. Kerana kaedah ini sangat sensitif, maka sebelum dilakukan analisis tiub biasanya dibakar beberapa kali untuk memastikan bahawa tiub tersebut telah bersih. Oleh kerana tiub ikut terbakar bersama-sama dengan sampel maka penggunaan tiub adalah amat terhad terutamanya apabila analisis unsur menggunakan suhu pengatoman yang tinggi (2800 °C).

Jika sampel merupakan partikel logam, maka perlu dilarutkan dengan asid iaitu jenis oksi asid seperti asid nitrik dan asid sulfurik. Penggunaan asid hidroklorik yang boleh membentuk sebatian klorida yang mudah meruap harus dielakkan.

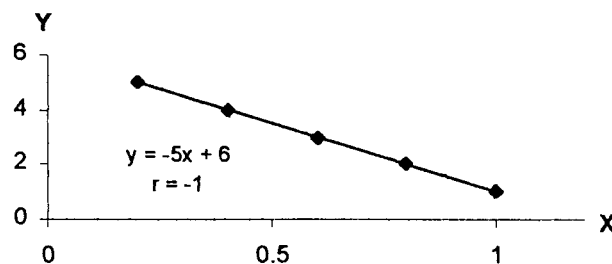
## 1.7 Statistik

Penggunaan kaedah statistik dalam bidang penyelidikan sering dilakukan sehubungan dengan cara-cara pengumpulan data, pengolahan data, analisis data dan membuat kesimpulan. Oleh itu kaedah statistik banyak digunakan dalam berbagai-bagai bidang ilmu pengetahuan antaranya adalah bidang kimia, industri, perubatan, ekonomi, sosial dan kejuruteraan. Kaedah statistik digunakan bagi memudahkan di dalam melakukan pengolahan data yang diperolehi daripada hasil kajian. Penggunaan kaedah statistik juga sering dilakukan bagi menguji keabsahan daripada data kajian. Oleh kerana itu penggunaan kaedah statistik umumnya disesuaikan dengan objektif yang ingin dicapai dalam kajian tersebut.

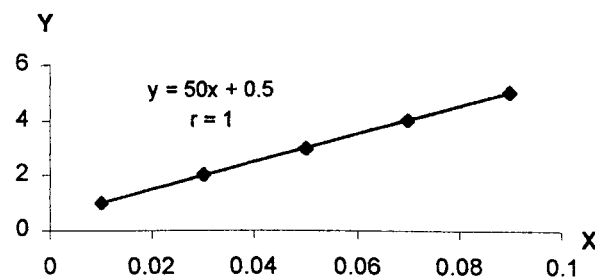
Antara kaedah statistik yang terkenal dalam penggunaannya adalah analisis regresi dan korelasi. Analisis regresi merupakan kaedah statistik yang digunakan untuk mengkaji hubungan di antara pemboleh ubah-pemboleh ubah. Di samping memperlihatkan hubungan antara dua atau lebih pembolehubah, analisis regresi juga digunakan untuk meramalkan nilai pemboleh ubah yang menjadi tumpuan. Dalam analisis regresi, pemboleh ubah dikategorikan kepada dua jenis iaitu pemboleh ubah bersandar dan pemboleh ubah tak bersandar. Nilai pemboleh ubah bersandar adalah bergantung kepada besar kecilnya nilai pemboleh ubah tak bersandar.

Analisis korelasi digunakan bagi menganggarkan sejauh manakah hubungkait di antara pemboleh ubah telah terjadi. Sekiranya nilai pemboleh ubah memuaskan dengan tepat bagi suatu persamaan, maka dapat dikatakan pemboleh ubah itu mempunyai hubungkait yang sempurna. Secara umum analisis korelasi adalah sukar dipisahkan daripada analisis regresi. Apabila sekumpulan data yang terhasil menunjukkan bentuk yang linear, maka nilai hubungkait ini dinyatakan dengan  $r$  dan disebut sebagai “pekali korelasi.” Nilai pekali korelasi terletak di antara  $-1$  dan  $+1$  dan dituliskan menjadi  $-1 \leq r \leq +1$ . Hal ini bermakna bahawa:

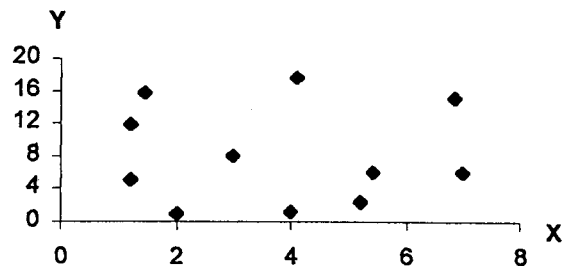
- a. Harga  $r = -1$  menyatakan adanya hubungan linear sempurna secara tak langsung antara pemboleh ubah  $X$  dan  $Y$ . Ini berarti bahawa titik-titik pemboleh ubah itu terletak pada garis regresi tersebut dan semakin besar nilai pemboleh ubah  $X$  menyebabkan semakin kecilnya nilai pemboleh ubah  $Y$ . Keadaan ini ditunjukkan pada rajah di bawah ini.



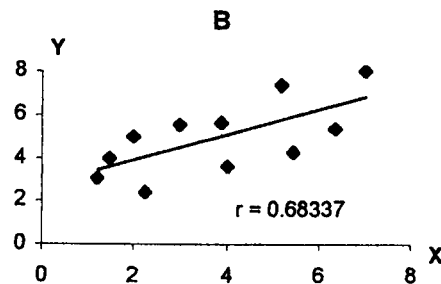
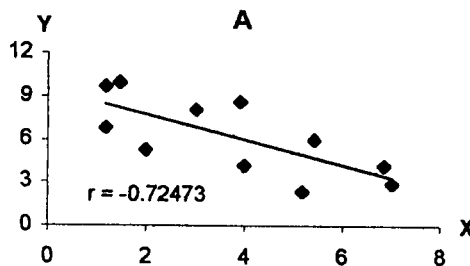
- b. Harga  $r = +1$  menyatakan adanya hubungan linear sempurna secara langsung antara pemboleh ubah  $X$  dan  $Y$ . Ini berarti bahawa titik-titik pemboleh ubah itu terletak pada garis regresi tersebut dan semakin besar nilai pemboleh ubah  $X$  menyebabkan semakin besar pula nilai pemboleh ubah  $Y$ , seperti digambarkan dalam rajah di bawah ini.



- c. Harga  $r = 0$  menyatakan tidak ada hubungan antara pemboleh ubah X dengan Y. Ini berarti bahawa titik-titik pemboleh ubah tersebut tersebar secara rawak sehingga tidak menunjukkan adanya regresi linear.



- d. Harga  $r$  adalah di antara  $-1$  dan  $+1$  menunjukkan adanya hubungan yang makin mendekati nilai  $-1$  dan  $+1$ . Bila nilai pekali korelasi ( $r$ ) adalah negatif, menyatakan adanya hubungan tak langsung atau korelasinya negatif (A), sebaliknya bila nilai pekalinnya ( $r$ ) positif, menyatakan adanya korelasi positif (B).



Untuk mencari nilai pekali korelasi ( $r$ ) berdasarkan sekumpulan data ( $X_i$ ,  $Y_i$ ) yang berjumlah  $n$  dapat digunakan persamaan :

$$r = \frac{n \sum X_i Y_i - (\sum X_i)(\sum Y_i)}{\sqrt{[n \sum X_i^2 - (\sum X_i)^2] [n \sum Y_i^2 - (\sum Y_i)^2]}} \quad \text{Pers. (1.6)}$$

Keterangan:  $r$  : pekali korelasi  
 $n_s$  : banyaknya jumlah data  
 $X_i$  : nilai pemboleh ubah rawak  $x$  yang ke  $i$   
 $Y_i$  : nilai pemboleh ubah rawak  $y$  yang ke  $i$

Kini dengan adanya alat bantu komputer yang dilengkapi dengan program “Excel” maka perhitungan nilai pekali korelasi amatlah mudah didapatkan.

Selanjutnya besar kecilnya hubungkait yang terjadi pada kedua pemboleh ubah ( $r$ ), perlu diuji bagi meyakinkan keabsahan hubungan tersebut berdasarkan paras keertian tertentu. Dalam hal ini ujian keberertian nilai pekali korelasi dilakukan dengan menggunakan ujian “ $t$ ” yang selanjutnya didasarkan pada hipotesis statistik.

Hipotesis statistik bagi ujian keberertian korelasi kepekatan logam di dalam haiwan dengan kepekatan logam di dalam enapan dan air adalah (Zar, 1984):

Hipotesis nul  $H_0 : \rho = 0$ ,  
 adalah jika  $|t|$  kiraan  $\leq t_{\alpha(2), v}$  maka hipotesis diterima. Ini berarti bahawa korelasi tidak bererti.

Hipotesis alternatif  $H_1 : \rho \neq 0$   
 jika  $|t|$  kiraan  $\geq t_{\alpha(2), v}$  maka hipotesis diterima. Ini berarti bahawa korelasi adalah bererti.

Untuk mencari nilai  $t$  kiraan digunakan persamaan:

$$t = \frac{r\sqrt{n_s - 2}}{\sqrt{1 - r^2}} \quad \text{Pers. (1.7)}$$

Keterangan:  $r$  : pekali korelasi  
 $n_s$  : jumlah sampel

Untuk mencari nilai  $t$  daripada tabel digunakan persamaan:

$$t_{\alpha}(2), v$$

Keterangan :  $\alpha$  = paras keertian

$$v = (n_s - 2) = \text{darjah kebebasan}$$

**Contoh perhitungan untuk menentukan nilai  $t$  kiraan .**

(Contoh ini diambil daripada data dalam Jadual 3.31)

Nilai pekali korelasi ( $r$ ) antara  $C_{\text{kerang}}$  dan  $C_{\text{enapan}}$  bagi logam Cu pada persampelan tahun 1998 = 0.8470

Bilangan sampel ( $n_s$ ) = 15

Paras keertian ( $\alpha$ ) = 0.05

Darjah kebebasan ( $v$ ) = 13

Maka nilai  $t$  kiraan adalah:

$$t = \frac{0.8470\sqrt{15-2}}{\sqrt{1-(0.8470)^2}}$$

$$t = 5.746$$

Nilai  $t$  dari tabel untuk  $t_{0.05(2), 13} = 2.160$

Kerana nilai  $t$  kiraan  $> t$  tabel, maka hipotesis  $H_1$  diterima. Ini berarti ada korelasi yang berarti antara kepekatan logam di dalam kerang dengan di dalam enapan pada paras keertian sebesar 0.05. Paras keertian sebesar 0.05 menyatakan bahawa sebesar 95% daripada kesimpulan yang dibuat adalah benar. Selain itu bila disimpulkan bahawa hipotesis telah ditolak pada paras keertian 0.05 maka berarti sebesar 5% daripada kesimpulan yang dibuat adalah salah.

## Rujukan

- Agett, P.J. (1985). "Trace Element and Human Pregnancy and Lactation." dlm. Chandra, E.K. "Trace Element in Nutrition of Children." New York: Raven Press.
- Ahmad, I., Badri, M. A dan Ramlan, M. N. (1993). "The Background Level of Heavy Metal Concentration in Sediments of the West Coast of Peninsular Malaysia." *Sci. Tot. Environ.* 315-323.
- Ahmad, C. C. N., Abas, M. R. dan Sulaiman, A. H. (1997). "Pengumpulan Logam Berat Dalam Cacing Tanah (Genus: *Phereti*)." *Malays. J. Anal. Sci.* 3(1). 25-35.
- Akta Makanan 1983 dan Peraturan-peraturan Makanan 1985. (Akta 281), (1995). Kuala Lumpur: MDC
- Alexander, F.W., Delves, H.T. and Clayton, B. E. (1973). dlm. Commision of European Communities Directorate General for Dissemination of Knowledge. "Environment Aspect of Lead." Luxembourg: Center for Information and Documentation CID. 319-331.
- Alexander, J. (1988). "Selenium." dlm. Seiler, H.G. and Sigel, H. "Handbook on Toxicity of Inorganic Compounds." New York: Marcel Dekker, Inc. 581-593.
- American Bureau of Metal Statistic (1991). "Non Ferrous Metal Data 1991." dlm. Handbook on Metals in Clinical and Analytical Chemistry.
- Aswathanarayana, U. (1995). "Geoenvironment : An Introduction." Rotterdam : AA Balkema. 107-203.
- Awaluddin, A.Mokhtar, M., Kadri, A. and Aung, H. (1997). "Some Physical and Chemical Characteristics of West Sabah Coastal Waters." *Malays. J. Anal.*

*Sci.* **3**(2). 263-270.

- Batley, G. E. (1989). "Trace Element Speciation : Analytical Methods and Problems." 2<sup>nd</sup>. ed. United States. CRC Press. Inc.
- Beliaeff, B., Connor, T. P. O. and Calise, D. (1998). "Comparison of Chemical Concentration in Mussels and Oysters from the United States and France." *Environ. Monit. Asses.* **49**. 87-95.
- Bilos, C., Colombo, J. C., Presa, M. J. R. (1998). "Trace Metals in Suspended Particles, Sediment and Asiatic Clams (*Corbicula fluminea*) of the Rio de la Plata Estuary, Argentina." *Environ. Pollut.* **99**. 1-11.
- Boening, D.W. (1999). "An Evaluation on Bivalves as Biomonitoring of Heavy Metals Pollution in Marine Waters." *Environm. Monit. and Asses.* **55**. 459-470.
- Bryan, G.W. (1976). "Heavy Metal Contamination in the Sea." dlm. Johnston, R. Ed. "Marine Pollution." New York: Academic Press. 185-302.
- Bryan, G. W. (1984). "Pollution Due to Heavy Metals and Their Compounds." dlm. "Marine Ecology." Chichester: John Wiley & Sons. 1289-1431.
- Bryan, G.W. and Langston, W. J. (1992). "Bioavailability, Accumulation and Effect of Heavy Metals in Sediment with Special Reference to United Kingdom Estuaries: a Review." *Environ. Pollut.* **76**. 89-131.
- Burrell, D.C. (1974). "Atomic Spectroscopic Analysis of Heavy Metal Pollutants in Water." Ann Arbor Science. 25-26.
- Burton, D. J. and Ravishanker, R. (1989). "Treatment of Hazardous Petrochemical and Petroleum Wastes." New Jersey: Noyes Publication. 188-189.
- Chapple, G. and Athanassopoulos, N. (1991). "System 2000/3000 Graphite Furnace Methods Manual." Australia: GBC Scientific Equipment Pty. Ltd. 5-7.

- Cheng, K. L., Ueno, K. and Imamura, T. (1982). "Handbook of Organic Analytical Reagent." Boca Raton, Florida : CRC Press Inc. 397-401.
- Cheung, Y.H. dan Wong, M.H. (1992). "Trace Metal Contents of the Pasific Oyster (*Crassostrea gigas*) Purchased from Markets in Hong Kong." *Environmental Management*. **16**(6): 753-761.
- Chunguo, C., Zihui, L. (1988). "Chemical Speciation and Distribution of Arsenic in Water Suspended Solids and Sediment of Xiangjiang River, China." *The Science of Total Environment*. **77**. 69-82.
- Coombs, T.L. (1972). "The Distribution of Zinc in the Oyster (*Ostrea edulis*) and Its Relation to Enzymic Activity and to Other Metals." *Mar. Biol.* **12**. 170-178.
- Cooper, W.C. (1967). "Selenium Toxicity in Man." dlm. Muth, O. H., Oldfield, J. E. and Weswig, P. H. "Simposium: Selenium in Biomedicine." Westport, Connecticut: Avi Publish. Co. 185-199.
- Cotton, F.A. and Wilkinson, G. (1980). "Advanced Inorganic Chemistry." New York: John Wiley and Son.
- Cullen, W. R. and Dodd, M. (1989). "Arsenic Speciation in Clams of British Columbia." *Applied Organometalic Chemistry*. **3**. 79-68.
- Davies, W. E. (1972). "National Inventory of Sources and Emissions Ba, B, Cu, Se and Zn 1969." Section IV US Environ Protection Agency Contract No. 68.02-0100.
- Departement of Health and Human Services, (1991). "Toxicology Profile for Chromium." Washington: U.S. Departement of Health and Human Services. Public Health Service.
- Devi, S. (1986). "Heavy Metals Levels in Some Malaysian Shellfish." *Buletin Perikanan*. Bil. 44. Jab. Perikanan. Kementerian Pertanian Malaysia.



- Dewan Bahasa dan Pustaka, (1995). "Glosari Alam Sekitar." Selangor Darul Ehsan: Percetakan Dewan Bahasa dan Pustaka. 19.
- Din, B. Z. (1992). "Use of Aluminium to Normalize Heavy Metal Data from Estuarine and Coastal Sediment of Straits of Melaka." *Mar. Pollut. Bull.* **24**(10). 484-491.
- Eisler, R. (1981). "Trace Metal Concentrations in Marine Organism." Oxford: Pergamon Press.
- Elinder, C.G. and Piscator, M. (1979). "Zinc." dlm. Friberg, L., Nordberg, G.F. and Vouk, V.B. "Handbook on the toxicology of Metals." Amsterdam: Elsevier. 675-684.
- Ettinger, M.B. (1966). dlm. "Symposium on Environmental Contamination." U.S. Public Health Service Publication No. 1440. 21-34.
- Ficklin, W. H. ( 1990). "Extraction and Speciation of Arsenic in Laustrine Sediment." *Talanta*. **37**. 831-834.
- Fitzgerald, L. D. (1983). "Arsenic Source, Production and Application in the 1980's." dlm. Lederer W. H., Fensterheim, R. J. "Arsenic : Industrial, Biomedical, Environmental Perspectives. " Ontario: Van Nostrand Reinhold Company Inc. 115.
- Fowler, B. A. (1983). "Biological and Environmental Effects of Arsenic." Amsterdam: Elsevier. 1-43.
- Furness, R. W. dan Rainbow, P. S. (1990). "Heavy Metals in the Marine Environment." Boca Raton. Florida: CRC. Press. 67-80.
- Ghetti, P.F. (1980). "Biological Indicator of the Quality of Running Waters." *Bull. Zool.* **47**. 381-390.

- Ghetti, P.F. and Ravera, O. (1994). "European Perspective on Biological Monitoring." dlm. Loeb, S. L. and Spacie, A. "Biological Monitoring of Aquatic Systems. . Boca Raton: Lewis Publishers. 31-48.
- Golberg, E. D. (1975). "The Mussel Watch – a First Step in the Global Marine Monitoring." *Mar. Pollut. Bull.* **6**. 111.
- Hamilton, J. W. and Wetterhahn, K. E. (1988). "Chromium." dlm. Seiler, G. H. and Sigel, H. "Handbook on Toxicity of Inorganic Compounds." New York: Marcel Dekker, Inc. 239-250.
- Han, B. C., Jeng, W. H., Hung, T. C. and Wen, M. Y. (1996). "Relationship Between Copper Speciation in Sediments and Bioaccumulation by Marine Bivalves of Taiwan." *Environ. Pollut.* **91**(1). 35-39.
- Hansen, J. C. (1990). "Human Exposure to Metals Through Consumption of Marine Foods: A Case Study of Exceptionally High Intake Among Greenlanders." dlm. Furness, W. R. and Rainbow, P. S. "Heavy Metals in the Marine Environment." Boca Raton. Florida: CRC Press. 227-243.
- Hasan, S. K. dan Ismail, A. G. (1997). "Alam Sekitar, Permasalahan dan Pengawalan." Kuala Lumpur: Dewan Bahasa dan Pustaka. 84-89.
- Haynes, D., Leeder, J. and Rayment, P. (1995). "Temporal and Spatial Variation in Heavy Metal Concentrations in the Bivalve *Donax deltoides* from the Ninety Mile Beach, Victoria, Australia." *Mar. Pollut. Bull.* **30**(6). 419-424.
- Herold, D. A. and Fitzgerald, Robert L. (1994). "Chromium." dlm. Seiler, H. G.; Sigel, A. and Sigel, H. "Handbook on Metals in Clinical and Analytical Chemistry." New York: Marcel Dekker. Inc. 322-332.
- Holdway, D. A. (1988). "The Toxicity of Chromium to Fish." dlm. Nriagu, J. O. and Nieboer, E. "Chromium in the Natural and the Human Environments." New York: John Wiley & Sons. **20**. 369-397.

- Holdgate, M. W. (1979). "A Perspective of Environmental Pollution." Cambridge : Cambridge University Press.
- Hopkin, S.P. (1989). "Ecophysiology of Metals in Terrestrial Invertebrates." London: Elsevier Applied Science Publisher.
- International Lead and Zinc Study Group, (1976). "Lead in Gasoline: a Review of Current Situation." New York: International Lead and Zinc Study Group. United Nation. 1-37.
- Ismail, A. (1993). "Heavy Metals Concentration in Sediments of Bintulu, Malaysia." *Mar. Pollut. Bull.* **26**(12).706-707.
- Ismail, A. (1994). "Heavy Metals in Freshwater Snails of Kuala Klawang Rice Field, Negeri Sembilan, Malaysia." *Environm. Monit. Assess.* **32**. 187-191.
- Jabatan Alam Sekitar (1995). "Laporan Tahunan 1995." Kementerian Sains, Teknologi dan Alam Sekitar.
- Jabatan Alam Sekitar (1996). "Laporan Tahunan 1996." Kementerian Sains, Teknologi dan Alam Sekitar, Malaysia.
- Jabatan Alam Sekitar (1997). "Laporan Tahunan 1997." Kementerian Sains, Teknologi dan Alam Sekitar, Malaysia.
- Jabatan Alam Sekitar (1988). "Laporan Keadaan Kualiti Alam Sekeliling Peringkat Negeri-Negeri." Kementerian Sains, Teknologi dan Alam Sekitar, Malaysia.
- Jabatan Perikanan (1985). "Ternakan Siput Sudu atau Kupang di Malaysia." *Risalah Perikanan*. Bil. **26**. 1-3.
- Jabatan Perangkaan Malaysia (1998). "Laporan Perangkaan Alam Sekitar Malaysia Tahun 1998." 105.

- Jackim, E., Morrison, G. and Steele, R. (1977). dlm. Nriagu, J. O. (1980). "Cadmium in the Environment. Part I: Ecological Cycling." New York: John Wiley and Sons, Inc. 426-563.
- Jackson, T.A. (1991). "Effect of Heavy Metals and Selenium on Mercury Methylation and Other Microbial Activities in Freshwater Sediment." dlm. Vernet, J. P. "Heavy Metals in the Environment." Amsterdam: Elsevier. 191-218.
- Jan, T. K. and Young, R. D. (1978). "Determination of Microgram Amount of Some Transition Metals in Seawater by Methyl Isobutyl Ketone-Nitric Acid Successive Extraction and Flameless Atomic Absorption Spectrophotometry." *Anal. Chem.* **50**(9). 1250-1253.
- Katz, S. A and Salem, H. (1994). "The Biological and Environmental Chemistry of Chromium." New York: VCH Publishers, Inc. 139.
- Kementerian Kesihatan, (1985). "Risalah Kesihatan dan Pemakanan." Kementerian Kesihatan, Malaysia.
- Khanif, Y. M. dan Salmijah, S., (1996). "Contaminants and the Soil Environment in Malaysia." dlm. Naidu, R., *et.al.* "Contaminants and the Soil Environment in the Australasia-Pacific Region." Great Britain: Academic Publishers Printed. 563-578.
- Kingston, H. M., Barnes, I. L., Brady, T. T. dan Rains, T. C., (1978). "Speciation of Eight Transition Elements from Alkali and Alkaline Earth Elements in Estuarine and Seawater with Chelating Resin and Their Determination by Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry." *Anal. Chem.* **50**. 2064-2071.
- Kiyko, O.A., and Progrebov, V.B. (1997). "Persistent Organic Pollutant, Trace Metal and Radionuclide Concentrations in Bottom Organisms of the Barents Sea and Adjacent Areas." *Mar. Pollut. Bull.* **35**(7-12). 340-344.

- Klayman, D.L. (1973). "Selenium Compounds as Potential Chemotherapeutic Agents." dlm. Klayman, D. L. and Gunther W. H. H. "Organic Selenium Compounds." New York: Wiley Interscience. 727-761.
- Kruger, P. (1971). "Principles of Activation Analysis." USA. John Wiley and Sons, Inc. 323-351.
- Kumpulainen, J.T. (1992). "Chromium Content of Food and Diets." *Biol. Trace. Element Res.* **32**. 9-18.
- Langston, W. J., and Spence, S. K. (1995). "Biological Factors Involved in Metal Concentrations Observed in Aquatic Organisms." dlm. Tessier, A. and Turner, D. R. "Metals Speciation and Bioavailability in Aquatic Systems." Chichester: John Wiley & Sons. 434-436.
- Langston, W. J. (1982). dlm. Phillips, D. J. H. (1990). "Arsenic in Aquatic Organisms: A Review, Emphasizing Chemical Speciation." *Aquatic Toxicol.* **16**. 151-186.
- Lazarus, A. L., Lorange, E. and Lodge J. P. Jr (1970). "*Environ. Sci. Technol.* **4**. 55-58.
- Lee, K. H. and Low, T.P. ( 1976). "Heavy Metals in Malaysian Finfish and Shellfish." Malaysian Institute of Chemistry Seminar on " Protecting our Environment", 11-13.March. Kuala Lumpur.
- Lim, P. E. and Kiu, M. Y., (1995)."Determination and Speciation of Heavy Metals in Sediments of the Juru River, Penang, Malaysia." *Environm. Mon. Ass.* **35**. 85-95.
- Liong, P. C. (1983). "Heavy Metals in Shellfish from Norther Part of Malacca Straits." International Conference on Development and Management of Tropical Living Aquatic Resources, Serdang. Malaysia

- Loeb, S. L and Spacie, A. (1994). "Biological Monitoring of Aquatic Systems. London: CRC Press Inc.
- Loring, H.D. and Rantala, R. T. T. M. (1992). "Manual for the Geochemical Analysis of Marine Sediments and Suspended Particulate Matter." *Earth Science Reviews*. **32**. 235-383.
- Lytle, T. F. and Lytle, J. S. (1982). "Heavy Metals in Oyster and Clams of St. Louis Bay, Mississippi." *Bull. Environm. Contam. Toxicol*. **29**. 50-57.
- Martin, M. H. and Coughtrey, P. J. (1982). "Biological Monitoring of Heavy Metal Pollution. Land and Air." London: Applied Science Publishers. 32-35.
- Marmolejo, R. C. and Paez, O. F. (1990). "Trace Metals in Tropical Coastal Lagoon Bivalves, *Mytella strigata*." *Bull. Environ. Contam. Toxicol*. **45**. 545-551.
- Marpongahtun, (1997). " Analisis Arsenik dan Selenium Takorganik Dalam Sistem Marin di Pesisiran Pantai Johor serta Hubungkaitnya dengan Fenomena Pengangkutan Enapan. " Tesis Sarjana, Universiti Teknologi Malaysia, Malaysia
- Maryland, H. F. (1994). "Selenium in Plant and Animal Nutrition." dlm. Frankerberger, W. T. Jr. "Selenium in the Environment. New York: Mercel Dekker Inc. 29-43.
- Mason, B. and Moore, C. B. (1982). "Principles of Geochemistry." 4<sup>th</sup>. New York: John Wiley and Son.
- Mat, I., Maah, M. J. and Johari, A., (1994). "Trace Metal Geochemical Associations in Sediments from the Culture-bed of *Anadara Granosa*." *Mar. Pollut. Bull*. **28**(5). 319-323.
- Mat, I. and Maah, M. J. (1994). "An Assesment of Trace Metal Pollution in the

- Mudflats of Kuala Selangor and Batu Kawan, Malaysia." *Mar. Pollut. Bul.* **28**(8). 512-514.
- Mizuike, A. (1983). "Enrichment Techniques for Inorganic Trace Analysis, Chemical Laboratory Practise." 1<sup>st</sup>. ed. New York: Springer-Verlag.
- Mok, W. M., Shah, N. K. and Wai, (1986). "Arsenic (III) and Arsenic (V) from Natural Water for Neutron Activation Analysis." *Anal. Chem.* **58**. 110-113.
- Mokhtar, B., Awaluddin, A., dan Rusin, S. (1997). "Potensi Beberapa Rumpai Laut Dan Moluska Akuatik Malaysia Timur Sebagai Bahan Petunjuk Pencemaran." *Malays. J. Anal. Sci.* **3**(2). 243-253.
- Mokhtar, M., Awaluddin, A., Yong, O. C. (1998). "Potensi Batu Karang Sebagai Perakam Pencemaran Lautan di Malaysia: Logam Berat." *Malaysian J. Anal. Sci.* **4**(1). 169-178.
- Moore, H.J. (1971). "The Structure of the Latero Frontal Cirri on the Gills of Certain Lamellibranch Mollusc and Their Role in Suspension Feeding." *Mar. Biol.* **11**: 23-27.
- NAS/NRC, (1980). "Report of the Food and Nutrition Board." National Research Council Recommended Dietary Allowance." 9<sup>th</sup>. Washington, DC: National Academy of Sciences. National Academy Press.
- NAS/NRC, (1989). "National Research Council Recommended Dietary Allowance. "Report of the Food and Nutrition Board." 10<sup>th</sup>. Washington, DC: National Academy of Sciences. Academy Press.
- NAS, (1972). "Biologic Effects of Atmospheric Pollutans: Lead. Airborne Lead in Perspective. "Washington DC: National Academy of Sciences. 330.
- NAS, (1976). "Selenium." Washington DC: National Academy of Sciences. 34

- Nieboer, E and Richardson, D. H. S. (1980). "The Replacement of the Nondescript Term ' Heavy Metals' by Biologically and Chemically Significant Classification of Metal Ions." *Environ. Pollut.* **1B**, 3-26.
- Nriagu, J. O. (1979). "Copper in the Environment, Part 1 and 2." Chichester: John Wiley & Sons Inc.
- Nriagu, J. O. (1989). "Occurrence and Distribution of Selenium." Boca Raton: CRC Press. 327-340.
- Nurjannah dan Widiastuti, R. (1997). " Logam Berat Pada Ikan." *Warta Konsumen*. **11**. 20-25
- Phillips, D. J. H. (1977). "The Use of Biological Indicator Organisms to Monitor Trace Metal Pollution in Marine and Estuarine Environments-A Review." *Environ. Pollut.* **13**. 281-317.
- Philips, D. J. H. (1980). "Quantitative Aquatic Biological Indicators." London: Applied Science Publishers Ltd. 95-189.
- Philips, D. J. H. (1990). "Arsenic in Aquatic Organisms: a Review, Emphasizing Chemical Speciation." *Aquat. Toxicol.* **16**. 151-186.
- Phillip, D. J. H. and Depledge. M. H. (1986). "Chemical Forms of Arsenic in Marine Organisms, with Emphasis on *Hemifusus* Species." *Water Sci. Technol.* **18**. 213-222.
- Philips, J. H. (1990). "Use of Macroalgae and Invertebrates as Monitors of Metal Level in Estuaries and Coastal Waters." dlm. Rainbow, P. S. and Furness, R. W. "Heavy Metals in the Marine Environment." Boca Raton, Florida: CRC Press. 81-99.
- Philip, M. H. (1994). "Global Impotance and Global Cycling of Selenium." dlm.



- Frankerberger, W. T. Jr. "Selenium in the Environment." New York: Mercel Dekker Inc. 1-24.
- Rainbow, P. S. (1985). "The Biology of Heavy Metals in the Sea." *Int. J. Environ. Stud.* **25**. 195-211.
- Rainbow, P. S. and Furness, R. W. (1990). "Heavy Metals in the Marine environment." Boca Raton, Florida: CRC Press. 81-99.
- Rainbow, P. S. and Phillips, D. J. H. (1993). "Cosmopolitan Biomonitors of Trace Metals." *Mar. Pollut. Bull.* **26**(11). 593-601.
- Rancangan Malaysia ke Tujuh 1996-2000 (1996). Kuala Lumpur: Percetakan Nasional Malaysia Bhd.
- Robert, H. (1995). "Animal Diversity." Bogota: Wm. C. Brown Publisher. 151-155.
- Roper, J. M., Cherry, D. S., Simmers, J. W. and Tatem, H. E. (1996). "Bioaccumulation of Toxicants in the Zebra Mussel (*Dreissena polymorpha*), at the Times Beach Confined Disposal Facility, Bufflo, New York." *Environ. Pollut.* **94**(2). 117-129.
- Rosenfield, I and Beath, O. A. (1964). "Selenium." New York: Academic Press. 328-330.
- Scanes, P. (1996). "Oyster Watch : Monitoring Trace Metal and Organochlorine Concentrations in Sydney's Coastal Waters." *Mar. Poll. Bul.* **33**(7-12). 226-238.
- Seiler, H. G., Sigel, A. and Sigel, H. (1994). "Handbook of Metals in Clinical and Analytical Chemistry." Marcel Dekker Inc.
- Siu, K. W. M. and Berman, S. S. (1989). dlm. Ihnat, M. "Occurence and distribution of Selenium." Boca Raton, Florida: CRC Press. 263-293.

- Skoog, D. A., West, D. M. and Holler, F. G. (1996). "Fundamental of Analytical Chemistry." 7<sup>th</sup>. ed. United State of America: Saunders College Publishing. 611-629.
- Smoley, C.K. (1992). "Methods for the Determination of Metals in Environmental Samples, Environmental Monitoring Systems Laboratory." U.S. Environmental Protection Agency. CRC Press. 30-31.
- Solomons, N.W. and Cousins, R.J. (1984). "Zinc." dlm. Prasad, A. S., Alan, R. L. "Absorption and Malabsorption of Mineral Nutrients." New York.
- Stern, R.M. (1982). "Chromium Compounds: Production and Occupational Exposure." *Top. Environ. Health.* **5**. 5-6.
- Stien, X., Percic, P., Barelli, M. G., Romeo, M. and Lafaurie, M. (1998). "Evaluation of Biomarkers in Caged Fishes and Mussels to Assess the Quality of Waters in a Bay of the NW Mediterranean Sea." *Environ. Poll.* **99**. 339-345.
- Stoeppler, M. (1992). "Hazardous Metals in the Environment." Amsterdam: Elsevier. 177-209.
- Subramaniam, K. S., Meranger, J. C. and Curdy, R. F., (1984). "Determination of Arsenic (III) in Some Scotian Ground Water Samples." *At. Spectrosc.*, **5**(4) : 192-194.
- Talbot, V. (1985). "Relationship Between Cd Concentration in Seawater and Those in the Mussel *Mytillus edulis*." *Mar. Bio.* **85**. 51-54.
- Takayanagi, K. and Wong, G. T. F. (1983). "Fluorometric Determination of Selenium (IV) and Total Selenium in Natural Waters." *Anal. Chim. Acta.* **148**. 263-269.

- Thornton, I. (1979). "Copper in Soils and Sediments." dlm. Nriagu, J. O. (1979). "Copper in the Environment, Part 1 and 2." Chichester: John Wiley & Sons Inc. 171-217.
- Trieff, N. M. (1980). "Environment and Health." Michigan: Ann Arbor Science. 247-248.
- Tsuchiya, K. (1979). "Lead." dlm. Friberg, L., Nurberg, G. F. and Vouk, V. B. "Handbook on the Toxicology of metals." Amsterdam: Elsevier. 451-457.
- US Environmental Protection Agency Publication, (1975). "Preliminary Investigation of Effects on the Environment of Boron, Indium, Nickel, Selenium, Tin, Vanadium and Their Compounds." No. EPA-560/2-75-005 D. dlm. Craig, P. J. "Organometallic Compound in the Environment." London: Longman Group Limited. 294-295.
- Walbott G. L. (1978). "Health Effect of Environment Pollutant." 2<sup>nd</sup>. ed. Missouri: The CV Mosby Company. 59-61.
- Williams, P. L. (1985). "Industrial Toxicology." New York: Van Nostrand Reinhold Company. 197-203.
- World Health Organization (1970). *Tech. Rep. Ser.* No. 505. Geneva.
- Yusof, A. M. and Wood, A. K. (1993). "Environmental Assessment of Coastal Sediments by the Elemental Ratioing Technique." *J. Radioanal. Nucl. Chem. Articles*. **167**(2). 341-351.
- Yusof, A. M., Ikhsan, Z. B. and Wood, A. K. (1994a). "The Speciation of Arsenic in Seawater and Marine Species." *J. Radioanal. Nucl. Chem. Articles*. **179**(2). 277-283.

- Yusof, A. M., Wood, A. K. H. and Ahmad, Z. (1995). "Marine Sediments Analysis by the Elemental Ratioing Technique." *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B*. **99**. 502-504.
- Yusof, A. M., Rahman, N. A. and Wood, A. K. H. (1994). "The Accumulation and Distribution of Trace Metals in Some Localized Marine Species." dlm. Schrauzer, G. N. "Biological Trace Element Research." Humana Press Inc. 239-249.
- Yusof, A.M., Hanafiah, Z. and Wood, A. K. H. (1998). "Speciation of Se (IV) in Marine Sediment Using Neutron Activation Analysis After Co-Precipitation with Dibenzylidithiocarbamate (DBDTC) with Phenolphthalein." *The Science of the Total Environment*. **214**. 247-252.
- Zar, J. H. (1984). "Biostatistical Analysis." 2<sup>nd</sup>. New Jersey: Prentice Hall, Inc. 306-309.

## **LAMPIRAN 1**

Data kepekatan logam-logam berat di dalam sampel haiwan , enapan dan air laut pada persampelan tahun 1998

Species	Data statistik	As	Cd	Cr	Cu	Pb	Se	Zn
Kerang ( <i>Anadara granosa</i> )	Julat ( $\mu\text{g.g}^{-1}$ )	0.15-2.15	0.42-6.04	2.82-7.41	0.84-9.71	0.36-1.89	1.26-14.70	22.84-86.94
	Min	1.18	2.45	4.53	4.34	0.93	8.60	62.39
	SD	0.29	0.32	0.22	0.35	0.05	0.43	3.65
Kupang ( <i>Perna viridis</i> )	Julat ( $\mu\text{g.g}^{-1}$ )	0.58-6.15	0.73-3.20	4.18-15.20	2.17-9.80	0.45-1.24	2.84-6.70	22.94-75.11
	Min	3.16	1.69	8.72	5.33	0.73	4.68	39.87
	SD	0.23	0.83	1.86	0.42	0.06	0.23	2.99
Enapan	Julat ( $\mu\text{g.g}^{-1}$ )	15.80-62.40	0.17-4.71	50.92-213.01	21.1-76.6	31.02-113.01	0.60-5.40	30.30-197.02
	Min	40.15	1.17	107.88	42.80	74.12	2.15	118.69
	SD	7.30	0.21	4.15	2.53	2.93	0.18	9.09
Air	Julat ( $\mu\text{g.L}^{-1}$ )	<0.12-1.36	0.07-0.66	0.42-3.86	1.18-11.20	0.97-1.11		0.58-19.20
	Min		0.32	1.72	4.40	1.61		5.59
	SD		0.07	0.18	0.39	0.09		0.84

Data kepekatan logam-logam berat di dalam sampel haiwan, enapan dan air laut pada persampelan tahun 1999

Spesies	Data statistik	As	Cd	Cr	Cu	Pb	Se	Zn
Kerang ( <i>Anadara granosa</i> )	Julat ( $\mu\text{g.g}^{-1}$ )	4.31-14.80	0.18-4.43	1.48-15.40	1.67-9.10	0.13-3.04	1.59-3.73	41.80-158.00
	Min	6.75	1.78	7.11	3.07	1.08	2.49	83.65
	SD	0.97	0.56	1.04	0.24	0.50	0.27	2.34
Kupang ( <i>Perna viridis</i> )	Julat ( $\mu\text{g.g}^{-1}$ )	5.47-27.7	0.10-2.88	1.83-8.71	2.09-8.55	0.20-1.69	1.35-6.36	52.12-95.43
	Min	12.95	0.93	4.49	5.18	0.68	3.51	79.88
	SD	0.56	0.18	0.76	0.43	0.02	0.24	1.70
Lumpur	Julat ( $\mu\text{g.g}^{-1}$ )	9.89-46.50	0.10-4.03	2.81-112.00	8.48-53.40	7.34-23.5	0.31-1.80	85.03-230.01
	Min	23.39	1.79	57.07	20.43	12.21	0.84	177.81
	SD	2.31	0.13	3.13	1.93	1.22	0.09	5.72
Air	Julat ( $(\mu\text{g.L}^{-1})$ )	<0.64-4.95	0.01-1.65	0.13-0.94	0.64-24.51	0.16-1.84		2.00-7.75
	Min		0.23	0.92	9.41	0.67		4.20
	SD		0.03	0.03	0.97	0.04		0.36



## **LAMPIRAN 2**



## LAMPIRAN 2A

Hasil ujian t bagi taraf keberertian korelasi antara kepekatan logam di dalam haiwan dengan di dalam enapan atau air pada pensampelan tahun 1998

Uraian Analisis	Logam	Nilai t kiraan	Kesimpulan
Ujian bagi korelasi antara $C_{\text{kerang}}$ dengan $C_{\text{enapan}}$ . Nilai t jadual adalah $t_{0.05(2), 13} = 2.160$	As	3.915	$H_1$ : diterima, korelasi adalah signifikan
	Cd	1.818	$H_0$ : diterima, korelasi adalah tidak signifikan
	Cr	1.019	$H_0$ : diterima, korelasi adalah tidak signifikan
	Cu	5.746	$H_1$ : diterima, korelasi adalah signifikan
	Pb	3.469	$H_1$ : diterima, korelasi adalah signifikan
	Se	3.51	$H_1$ : diterima, korelasi adalah signifikan
	Zn	5.903	$H_1$ : diterima, korelasi adalah signifikan
Ujian bagi korelasi antara $C_{\text{kupang}}$ dengan $C_{\text{enapan}}$ . Nilai t jadual adalah $t_{0.05(2), 8} = 2.306$	As	0.4356	$H_0$ : diterima, korelasi adalah tidak signifikan
	Cd	-1.446	$H_0$ : diterima, korelasi adalah tidak signifikan
	Cr	-0.8187	$H_0$ : diterima, korelasi adalah tidak signifikan
	Cu	1.284	$H_0$ : diterima, korelasi adalah tidak signifikan
	Pb	1.205	$H_0$ : diterima, korelasi adalah tidak signifikan
	Se	-1.828	$H_0$ : diterima, korelasi adalah tidak signifikan
	Zn	0.702	$H_0$ : diterima, korelasi adalah tidak signifikan
Ujian bagi korelasi antara $C_{\text{kerang}}$ dengan $C_{\text{air}}$ . Nilai t jadual adalah $t_{0.05(2), 13} = 2.160$	As	-	
	Cd	1.598	$H_0$ : diterima, korelasi adalah tidak signifikan
	Cr	0.8187	$H_0$ : diterima, korelasi adalah tidak signifikan
	Cu	-0.8272	$H_0$ : diterima, korelasi adalah tidak signifikan
	Pb	-1.1761	$H_0$ : diterima, korelasi adalah tidak signifikan
	Se	-	
	Zn	1.196	$H_0$ : diterima, korelasi adalah tidak signifikan
Ujian bagi korelasi antara $C_{\text{kupang}}$ dengan $C_{\text{air}}$ . Nilai t jadual adalah $t_{0.05(2), 8} = 2.306$	As	-	
	Cd	3.876	$H_1$ : diterima, korelasi adalah signifikan
	Cr	3.751	$H_1$ : diterima, korelasi adalah signifikan
	Cu	0.736	$H_0$ : diterima, korelasi adalah tidak signifikan
	Pb	0.6289	$H_0$ : diterima, korelasi adalah tidak signifikan
	Se	-	
	Zn	1.317	$H_0$ : diterima, korelasi adalah tidak signifikan

Hasil ujian t bagi taraf keberertian korelasi antara kepekatan logam di dalam haiwan dengan di dalam enapan atau air pada pensampelan tahun 1999

Uraian Analisis	Logam	Nilai t kiraan	Kesimpulan
Ujian bagi korelasi antara $C_{\text{kerang}}$ dengan $C_{\text{enapan}}$ . Nilai t jadual adalah $t_{0.05(2), 13} = 2.160$	As	3.551	$H_1$ : diterima, korelasi adalah signifikan
	Cd	1.787	$H_0$ : diterima, korelasi adalah tidak signifikan
	Cr	0.9257	$H_0$ : diterima, korelasi adalah tidak signifikan
	Cu	2.735	$H_1$ : diterima, korelasi adalah signifikan
	Pb	3.067	$H_1$ : diterima, korelasi adalah signifikan
	Se	2.774	$H_1$ : diterima, korelasi adalah signifikan
	Zn	5.146	$H_1$ : diterima, korelasi adalah signifikan
Ujian bagi korelasi antara $C_{\text{kupang}}$ dengan $C_{\text{enapan}}$ . Nilai t jadual adalah $t_{0.05(2), 8} = 2.306$	As	0.3273	$H_0$ : diterima, korelasi adalah tidak signifikan
	Cd	-0.6025	$H_0$ : diterima, korelasi adalah tidak signifikan
	Cr	-0.9554	$H_0$ : diterima, korelasi adalah tidak signifikan
	Cu	1.435	$H_0$ : diterima, korelasi adalah tidak signifikan
	Pb	0.6112	$H_0$ : diterima, korelasi adalah tidak signifikan
	Se	-1.759	$H_0$ : diterima, korelasi adalah tidak signifikan
	Zn	0.6174	$H_0$ : diterima, korelasi adalah tidak signifikan
Ujian bagi korelasi antara $C_{\text{kerang}}$ dengan $C_{\text{air}}$ . Nilai t jadual adalah $t_{0.05(2), 13} = 2.160$	As	-	
	Cd	1.871	$H_0$ : diterima, korelasi adalah tidak signifikan
	Cr	0.3593	$H_0$ : diterima, korelasi adalah tidak signifikan
	Cu	-0.5394	$H_0$ : diterima, korelasi adalah tidak signifikan
	Pb	-0.3404	$H_0$ : diterima, korelasi adalah tidak signifikan
	Se	-	
	Zn	-0.3012	$H_0$ : diterima, korelasi adalah tidak signifikan
Ujian bagi korelasi antara $C_{\text{kupang}}$ dengan $C_{\text{air}}$ . Nilai t jadual adalah $t_{0.05(2), 8} = 2.306$	As	-	
	Cd	3.527	$H_1$ : diterima, korelasi adalah signifikan
	Cr	5.431	$H_1$ : diterima, korelasi adalah signifikan
	Cu	-1.093	$H_0$ : diterima, korelasi adalah tidak signifikan
	Pb	-0.168	$H_0$ : diterima, korelasi adalah tidak signifikan
	Se	-	
	Zn	1.196	$H_0$ : diterima, korelasi adalah tidak signifikan

### **LAMPIRAN 3**

# National Bureau of Standards

## Certificate of Analysis

### Standard Reference Material 1577a

#### Bovine Liver

This Standard Reference Material (SRM) is intended primarily for use in calibrating instrumentation and evaluating the reliability of analytical methods for the determination of major, minor, and trace elements in animal tissue and other biological matrices.

Certified Values of Constituent Elements: The certified values for the constituent elements are shown in Table 1. Certified values are based on results obtained by definitive methods of known accuracy; or alternatively, from results obtained by two or more independent analytical methods. Noncertified values are given for information only in Table 2.

Notice and Warnings to Users:

Expiration of Certification: This certification is invalid after 5 years from the date of shipping. Should it become invalid before then, purchasers will be notified by NBS.

Stability: The material should be kept in its original bottle and stored at temperatures between 10-30 °C. It should not be exposed to intense sources of radiation. The bottle should be kept tightly closed and stored in a desiccator in the dark.

Use: A minimum sample of 250 mg of the dried material (see Instructions for Drying) should be used for any analytical determination to be related to the certified values of this Certificate.

Dissolution procedures should be designed to effect complete solution, but without losses of volatile elements, such as mercury. Dissolution for these determinations should be carried out in a closed system.

Statistical consultation was provided by K.R. Eberhardt and T.R. Crichton of the Statistical Engineering Division.

The overall direction and coordination of the analyses leading to this certification were under the chairmanship of E.L. Garner, Chief of the Inorganic Analytical Research Division.

The technical and support aspects involved in the preparation, certification, and issuance of this Standard Reference Material were coordinated through the Office of Standard Reference Materials by R. Alvarez.

Gaithersburg, MD 20899

February 1, 1985

(Revision of Certificates

dated 3-5-82, 6-15-82)

Stanley D. Rasberry, Chief  
Office of Standard Reference Materials

(over)

Table 1. Certified Values of Constituent Elements

<u>Element</u>	<u>Content,<sup>a</sup> (Wt. Percent)</u>
Chlorine	0.28 ± 0.01
Phosphorus	1.11 ± 0.04
Potassium*	0.996 ± 0.007
Sodium	0.243 ± 0.013
Sulfur	0.78 ± 0.01

<u>Element</u>	<u>Content,<sup>a</sup> (μg/g)</u>	<u>Element</u>	<u>Content,<sup>a</sup> (μg/g)</u>
Arsenic	0.047 ± 0.006	Mercury	0.004 ± 0.002
Cadmium	0.44 ± 0.06	Molybdenum	3.5 ± 0.5
Calcium	120 ± 7	Rubidium*	12.5 ± 0.1
Cobalt	0.21 ± 0.05	Selenium	0.71 ± 0.07
Copper	158 ± 7	Silver	0.04 ± 0.01
Iron	194 ± 20	Strontium*	0.138 ± 0.003
Lead*	0.135 ± 0.015	Uranium*	0.00071 ± 0.00003
Magnesium	600 ± 15	Vanadium*	0.099 ± 0.008
Manganese	9.9 ± 0.8	Zinc	123 ± 8

<sup>a</sup>Dry weight: For drying instructions, see the section of this Certificate on Instructions for Drying.

The estimated uncertainties are based on judgment and represent an evaluation of the combined effects of method imprecision, possible systematic errors among methods, and material variability for samples weighing 250 mg or more.

\*For those elements determined by definitive methods, the uncertainties are given as 95%/95% statistical tolerance limits. See "The Role of Standard Reference Materials in Measurement Systems," NBS Monograph 148, 1975 p 14.

Table 2. Noncertified Values of Constituent Elements

<u>Element</u>	<u>Content,<sup>a</sup> (Wt. Percent)</u>
Nitrogen	(10.7)

<u>Element</u>	<u>Content,<sup>a</sup> μg/g</u>
Aluminum	(2)
Antimony	(0.003)
Bromine	(9)
Thallium	(0.003)

<sup>a</sup>Dry weight: For drying instructions, see the section of this Certificate on Instructions for Drying.



National Research Council  
Canada

Division of Chemistry

Marine Analytical  
Chemistry Standards  
Program

Ottawa, Canada  
K1A 0R6

Conseil national de recherches  
Canada

Division de chimie

Programme de standards  
de chimie analytique  
marine

Tel. (613) 993-2359  
Telex 053-3145

LAMPIRAN 3B

## TORT-1

October, 1983  
Revised February, 1987

# Lobster Hepatopancreas Marine Reference Material for Trace Metals and Other Elements

The following two tables give those elements for which certified values have been established. Certified values are based on results of determinations by at least two independent methods of analysis. The uncertainties represent 95% tolerance limits for an individual sub-sample. That is, 95% of samples, 500 mg or greater, from any bottle would be expected to have concentrations within the specified range 95% of the time. Values are based on a dry weight.

### Trace Elements (mg / kg)

Arsenic (g,h,i)*	24.6	±	2.2
Cadmium (g,i,m,p,x)	26.3	±	2.1
Chromium (g,i,m,x)	2.4	±	0.6
Cobalt (g,i,m)	0.42	±	0.05
Copper (g,i,m,x)	439	±	22
Iron (g,i,m)	186	±	11
Lead (g,i,m,p,x)	10.4	±	2.0
Manganese (g,i,x)	23.4	±	1.0
Mercury (c,m)	0.33	±	0.06
Molybdenum (i,m)	1.5	±	0.3
Nickel (g,i,m,p)	2.3	±	0.3
Selenium (g,h,m,v)	6.88	±	0.47
Strontium (f,i,m)	113	±	5
Tin (h,q)	0.139	±	0.011
Vanadium (g,i)	1.4	±	0.3
Zinc (f,g,i,m,p,x)	177	±	10

### Other Elements (percent)

Calcium (i,p,r)*	0.895	±	0.058
Chlorine (p,t)	5.58	±	0.10
Magnesium (f,i,p,r)	0.255	±	0.025
Phosphorus (g,i)	0.879	±	0.021
Potassium (f,i,x)	1.041	±	0.040
Sodium (f,i,p)	3.67	±	0.20
Sulphur (i,r)	1.22	±	0.10

\* See next page for key to coding.

Canada



National Research Council  
Canada

Conseil national de recherches  
Canada

LAMPIRAN 3C

Division of Chemistry

Division de chimie

Marine Analytical  
Chemistry Standards  
Program

Programme de standards  
de chimie analytique  
marine

Ottawa, Canada  
K1A 0R6

Tel (613) 993-2359  
Fax (613) 952-1275  
Telex 053-3145

January, 1989

## CASS-2

### Nearshore Seawater Reference Material for Trace Metals

The following table gives those metals for which certified values have been established for CASS-2, the replacement reference material for CASS-1. Certified values are based on the results of determinations by at least two independent methods of analysis. The uncertainties represent 95% confidence limits for an individual subsample. That is, 95% of samples from any bottle would be expected to have concentrations within the specified range 95% of the time.

Micrograms per Litre ( $\mu\text{g/L}$ )  $\approx$  ppb.

Arsenic (h, n, u,)*	1.01 $\pm$ 0.07	As
Cadmium (a, i, m, q, r, s)	0.019 $\pm$ 0.004	Cd
Chromium (m, q, r,)	0.121 $\pm$ 0.016	Cr
Cobalt (p, r, s, u)	0.025 $\pm$ 0.006	Co
Copper (i, m, q, s)	0.675 $\pm$ 0.039	Cu
Iron (i, s, v)	1.20 $\pm$ 0.12	Fe
Lead (i, q, r, s)	0.019 $\pm$ 0.006	Pb
Manganese (d, i, p, v)	1.99 $\pm$ 0.15	Mn
Molybdenum (d, q)	9.01 $\pm$ 0.28	Mo
Nickel (b, i, m, q, s)	0.298 $\pm$ 0.036	Ni
Zinc (d, m, q, r, v)	1.97 $\pm$ 0.12	Zn

- \* a - Anodic stripping voltammetry
- b - Adsorptive accumulation voltammetry
- d - Direct determination by GFAAS
- h - Hydride generation atomic absorption spectrometry
- i - Immobilized ligand separation/GFAAS determination
- m - Immobilized ligand separation/IDICPMS determination
- n - Hydride generation/*in situ* concentration/GFAAS determination
- p - Immobilized ligand separation/ICPMS determination
- q - Reductive precipitation/IDICPMS determination
- r - Reductive precipitation/GFAAS determination
- s - Chelation-solvent extraction/GFAAS determination
- u - Reductive precipitation/ICPMS determination
- v - Coprecipitation/ICPAES determination

This reference material is primarily intended for use in the calibration of procedures and the development of methods used for the analysis of nearshore marine waters for trace metals.

Canada



National Research Council  
Canada

Conseil national de recherches  
Canada

**LAMPIRAN 3D**

Division of Chemistry

Division de chimie

Marine Analytical  
Chemistry Standards  
Program

Programme de standards  
de chimie analytique  
marine

Ottawa, Ontario  
Canada  
K1A 0R6

Tel. (613) 993-2359  
FAX (613) 952-1275  
Telex 053-3145

January, 1981  
Revised February, 1987  
Revised October, 1987

**MESS-1**

**BCSS-1**

**PACS-1**

## Marine Sediment Reference Materials for Trace Metals and Other Constituents

The following two tables give those constituents for which certified values have been established. Certified values are based on the results of determinations by at least two independent methods of analysis. The uncertainties represent 95% tolerance limits for an individual subsample. That is, 95% of samples, 500 mg or greater, from any bottle would be expected to have concentrations within the specified range 95% of the time.

### Trace Elements (mg/kg)

	MESS-1			BCSS-1			PACS-1		
Antimony (g,h,i,n)	0.73	±	0.08	0.59	±	0.06	171	±	14
Arsenic (b,h,i,n,p)	10.6	±	1.2	11.1	±	1.4	211	±	11
Beryllium (g,i)	1.9	±	0.2	1.3	±	0.3			
Cadmium (g,i,m,q)	0.59	±	0.10	0.25	±	0.4	2.38	±	0.20
Chromium (m,n,p,q,x)	71	±	11	123	±	14	113	±	8
Cobalt (f,g,i,m,n,p,x)	10.8	±	1.9	11.4	±	2.1	17.5	±	1.1
Copper (f,g,i,m,n)	25.1	±	3.8	18.5	±	2.7	452	±	16
Lead (f,g,i,m,p,q,x)	34.0	±	6.1	22.7	±	3.4	404	±	20
Manganese (f,i,n,p,x)	513	±	25	229	±	15	470	±	12
Mercury (c,m,q)	<del>0.171</del>	±	<del>0.014</del>	<del>0.129</del>	±	<del>0.012</del>	4.57	±	0.16
Molybdenum (g,i,q)	—			—			12.3	±	0.9
Nickel (g,i,m,n,q)	29.5	±	2.7	55.3	±	3.6	44.1	±	2.0
Selenium (g,h,l,m)	0.34	±	0.06	0.43	±	0.06	1.09	±	0.11
Strontium (f,i,g)	—			—			277	±	11
Tin (g,h,i,q)	3.98	±	0.44	1.85	±	0.20	41.1	±	3.1
Vanadium (f,i,m,n)	72.4	±	5.3	93.4	±	4.9	127	±	5
Zinc (f,i,m,n,q,x)	191	±	17	119	±	12	824	±	22

Canada



Help File Calc Setup Options Mode DMR Quit Calc: On 205K

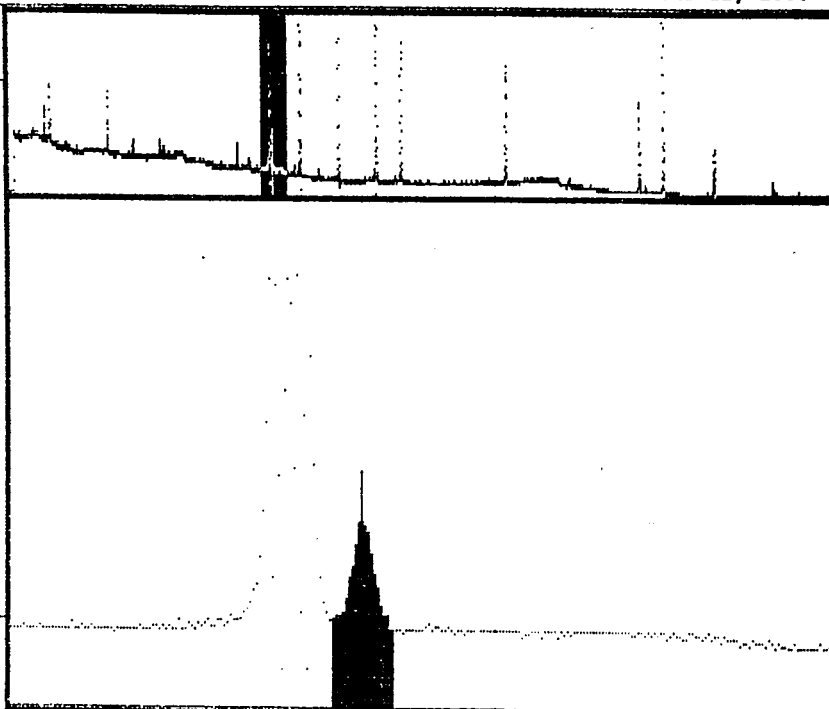
Oxford PCA3

Id: tort-1a sklee 07:54:13 am Jul 02, 1999

Jul 02, 1999  
09:12:43 am

Acquire: Off  
Mode: PHA  
Unit: 1  
Group: H1  
Roi: 1  
Gain: 8192  
Offset: 0  
DT = 8%  
Presets: On  
PRT: 0  
PLT: 3600  
PROI: 0

keV: 558.56  
Cts: 3102



Live: 3600 Real: 3943 Horiz: 256  
ROI Int: 40594 ± 281 ROI Net: 13444 ± 362 Vert: 8K  
Centroid: 558.64 keV FWHM: 1.52 keV FWTM: 2.92 keV  
Filename: \nuklear\pca3\d9906\samp1402.spl F8-DSS: Off

F1-Acquire F2-Event F3-Event F4-Event F5-List F6-List F7-List F8-ROI

Help File Calc Setup Options Mode DMR Quit Calc: On 205K

Oxford PCA3

Id: fort-1b

sklee

06:46:33 am Jul 02, 1999

Jul 02, 1999  
07:53:17 am

Acquire: Off

Mode: PHA

Unit: 1

Group: H1

Roi: 1

Gain: 8192

Offset: 0

DT = 9%

Presets: On

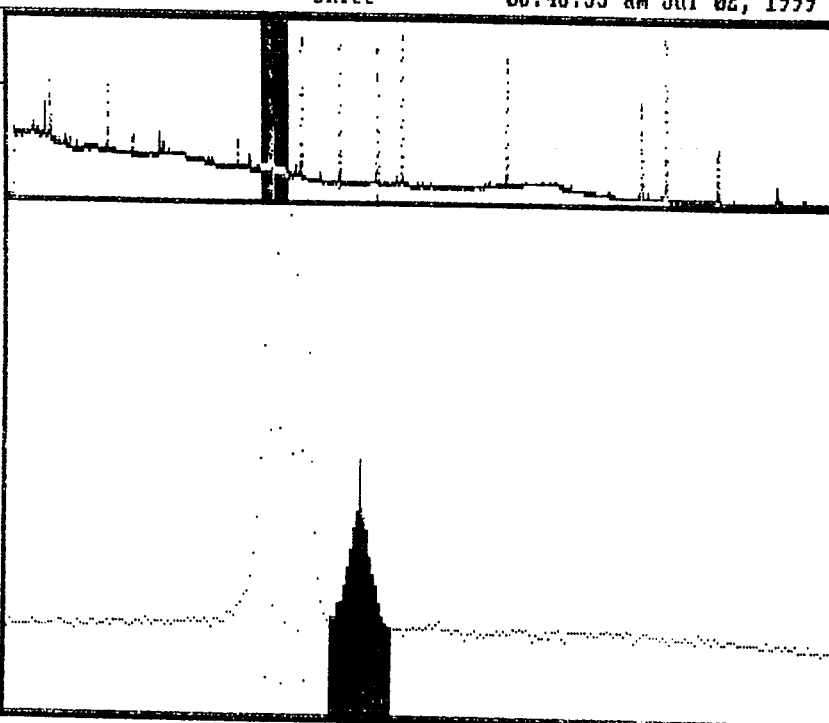
PRT: 0

PLT: 3600

PROI: 0

keV: 558.56

Cts: 3342



Live: 3600

Real: 3987

Horz: 256

ROI Int: 44971 ± 212

ROI Net: 14450 ± 383

Vert: 8K

Centroid: 558.54 keV

Fwhm: 1.55 keV

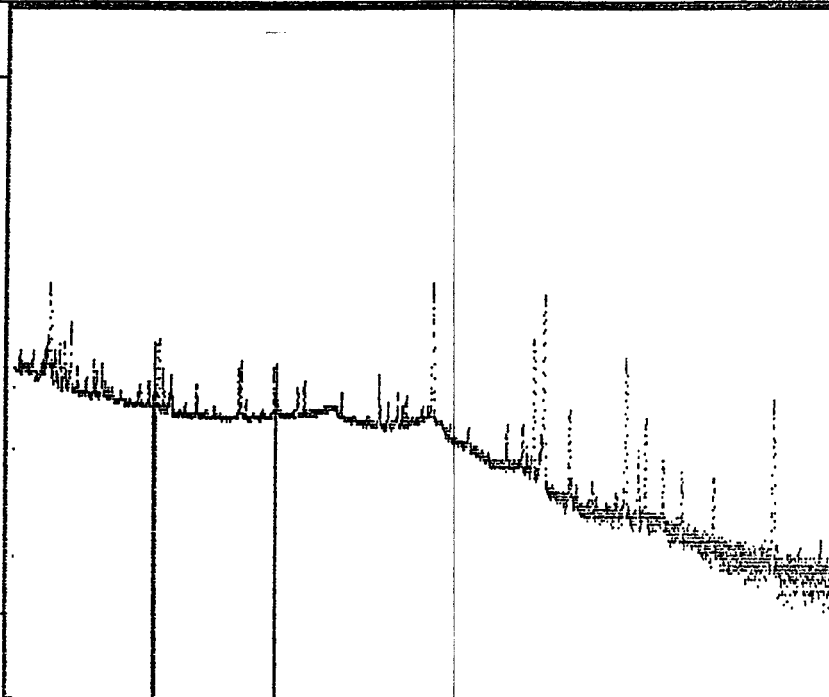
Fwhm: 2.00 keV

Filename: \nuklear\pca3\d9906\samp1401.spt

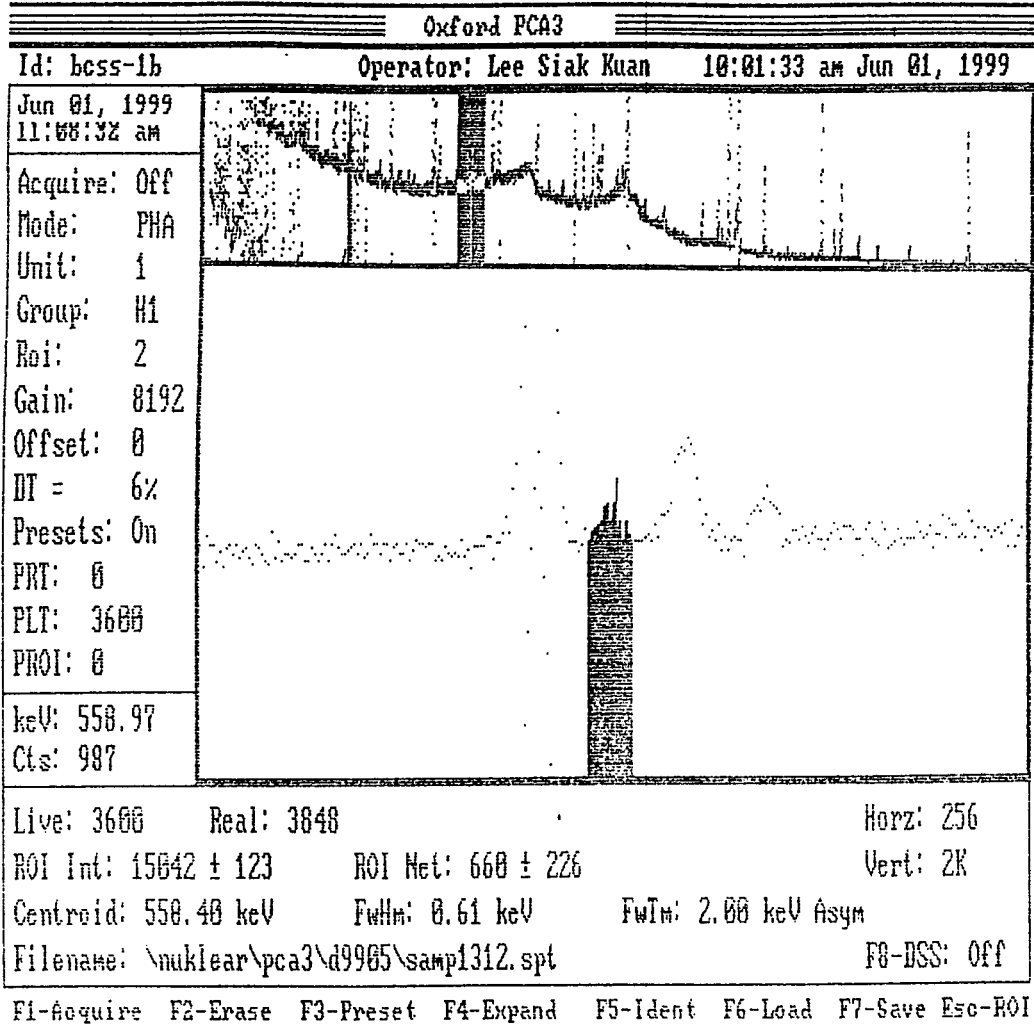
F8-DSS: Off

F1-Acquire F2-Erase F3-Preset F4-Expand F5-Ident F6-Load F7-Save Esc-ROI

Help File Calc Setup Options Mode DMR Quit Calc: On 205K

Oxford PCA3		
Id: bc55-1a		Operator: Lee Siak Kuan 08:44:26 am Jun 01, 1999
Jun 01, 1999 09:53:27 am Acquire: Off Mode: PHA Unit: 1 Group: H1 Roi: 2 Gain: 8192 Offset: 0 DT = 7% Presets: On PRT: 0 PLT: 3600 PROI: 0 keV: 558.77 Cts: 1132		
Live: 3600 Real: 3871 ROI Int: 18334 ± 135 ROI Net: 824 ± 261		Horz: 8192 Vert: Log
Filename: \nuklear\pca3\d9905\samp1311.spt		F8-DSS: Off
F1-Acquire F2-Erase F3-Preset F4-Expand F5-Ident F6-Load F7-Save Esc-ROI		

Help File Calc Setup Options Mode DMR Quit Calc: On 285K



## **LAMPIRAN 4**

E-mail: analisis@kimia.fs.utm.my  
Operator : Mat Yasin SIRIN  
Tel:607 5504540  
Fax: 607 5566162

Analysis

Application Name  
Date

C:\Program Files\GBC AA Ver 1.1\Analysis2.anl  
Thu Jul 08 09:44:21 1999

Method

Instrument Parameters

System Type	Flame
Element	Zn
Matrix	
Lamp Current	5.0 mA
Wavelength	214.2 nm
Slit Width	0.5 nm
Slit Height	Normal
Instrument Mode	Abs. BC On

Sample Measurement Parameters

Measurement Mode	Integration
Sample Introduction	Manual
Read Time	3.0 s
Time Constant	0.0 s
Replicates	3

Calibration Parameters

Calibration Mode	Conc Least Squares
Auto Burner Rotation	Off
Concentration Units	mg/l
Concentration Decimal Places	4
Calibration Failure On	None
Cal Failure Action	Stop
Measure Sample Blank After Cal	No
Auto Save After Cal	Yes

Quality Parameters

Second Fail Action	Stop
Range Checking	Off
Check Sample Conc	1.000 mg/l
Check Sample Lower Range	80.0%
Check Sample Upper Range	120.0%
Check Sample Fail Action	Stop
Check Sample Flag	*

Flame Control Parameters

Flame Type	Air-Acetylene
Fuel Flow	1.79 l/min
Oxidant Flow	10.0 l/min
Burner Angle	0.0°

Full Calibration  
Calibration Mode

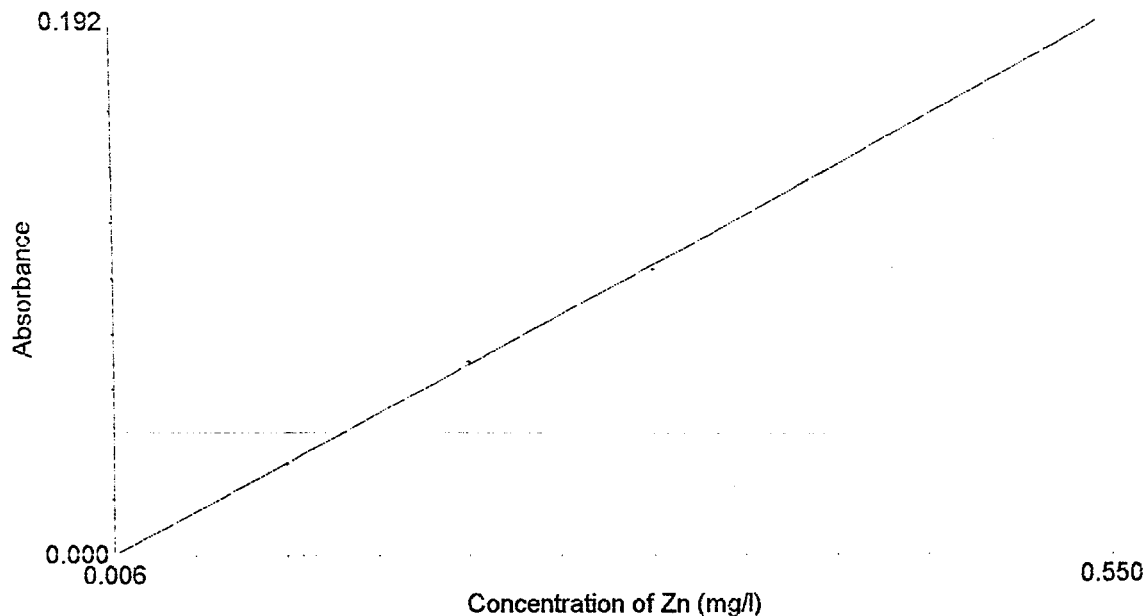
Linear Least Squares

Max Error: 0.024

R<sup>2</sup>: 1.000

LAMPIRAN 4A

Sample Label	Conc. (mg/l)	%RSD	Mean Abs.	Replicates		
Cal Blank	—	HIGH	0.001	0.002	0.001	-0.000
Standard 1	0.1000	0.53	0.033	0.033	0.033	0.033
Standard 2	0.2000	1.85	0.069	0.068	0.069	0.071
Standard 3	0.3000	0.72	0.102	0.102	0.103	0.102
Standard 5	0.5000	1.05	0.175	0.176	0.175	0.173



Sample Label	Conc. (mg/l)	%RSD	Mean Abs.	Replicates		
Sample 1	0.0595	10.14	0.019	0.021	0.018	0.017
Sample 2	0.1180	2.86	0.039	0.038	0.039	0.041
Sample 3	0.0470	9.29	0.014	0.013	0.014	0.016
Sample 4	0.0459	5.39	0.014	0.014	0.013	0.015
Sample 6	0.0502	1.92	0.015	0.015	0.015	0.016
Sample 7	0.0544	4.82	0.017	0.017	0.016	0.017
Sample 8	0.0561	1.32	0.017	0.017	0.017	0.018
Sample 9	0.0329	12.26	0.009	0.008	0.009	0.010
std0.5	FAIL	1.66	0.192	0.189	0.193	0.195
Sample 11	0.3532	0.44	0.122	0.123	0.122	0.123
std0.4	0.4187	0.52	0.145	0.145	0.146	0.146
Sample 13	0.0507	10.85	0.016	0.015	0.015	0.017
Sample 14	0.1243	4.80	0.042	0.044	0.041	0.040
Sample 15	0.0131	HIGH	0.002	0.003	0.001	0.003
Sample 16	0.0609	5.13	0.019	0.019	0.020	0.018
Sample 17	0.0671	3.66	0.021	0.022	0.021	0.021
Sample 18	0.0350	6.33	0.010	0.009	0.011	0.010
Sample 19	0.0969	6.36	0.032	0.031	0.030	0.034
Sample 20	0.0495	5.87	0.015	0.014	0.016	0.015
Sample 21	0.0891	3.08	0.029	0.029	0.028	0.030
Sample 22	0.0402	5.36	0.012	0.013	0.012	0.011
Sample 23	0.0250	16.86	0.006	0.007	0.007	0.005
std0.3	0.3427	0.05	0.119	0.119	0.119	0.119
Sample 25	FAIL	4.55	-0.004	-0.004	-0.004	-0.004
Sample 26	FAIL	HIGH	0.308	0.378	0.379	0.168
Sample 27	FAIL	0.52	0.273	0.273	0.275	0.272
Sample 28	0.5326	0.94	0.186	0.184	0.187	0.186
Sample 29	0.0421	11.93	0.012	0.013	0.013	0.011

E-mail: analisis@kimia.fs.utm.my  
Operator : Mat Yasin SIRIN  
Tel: 607 5504540  
Fax: 607 5566162  
(Samples : Tin

Analysis

Application Name  
Date

C:\Program Files\GBC AA Ver 1.1\Analysis2.anl  
Mon Jun 14 09:47:36 1999

Method

Instrument Parameters

System Type	Flame
Element	Pb
Matrix	
Lamp Current	4.0 mA
Wavelength	217.2 nm
Slit Width	1.0 nm
Slit Height	Normal
Instrument Mode	Abs. BC On

Sample Measurement Parameters

Measurement Mode	Integration
Sample Introduction	Manual
Read Time	3.0 s
Time Constant	0.0 s
Replicates	3

Calibration Parameters

Calibration Mode	Linear Least Squares
Auto Burner Rotation	Off
Concentration Units	ug/ml
Concentration Decimal Places	4
Calibration Failure On	None
Cal Failure Action	Stop
Measure Sample Blank After Cal	No
Auto Save After Cal	No

Quality Parameters

Second Fail Action	Stop
Range Checking	Off
Check Sample Conc	1.000 ug/ml
Check Sample Lower Range	80.0%
Check Sample Upper Range	120.0%
Check Sample Fail Action	Stop
Check Sample Flag	*

Flame Control Parameters

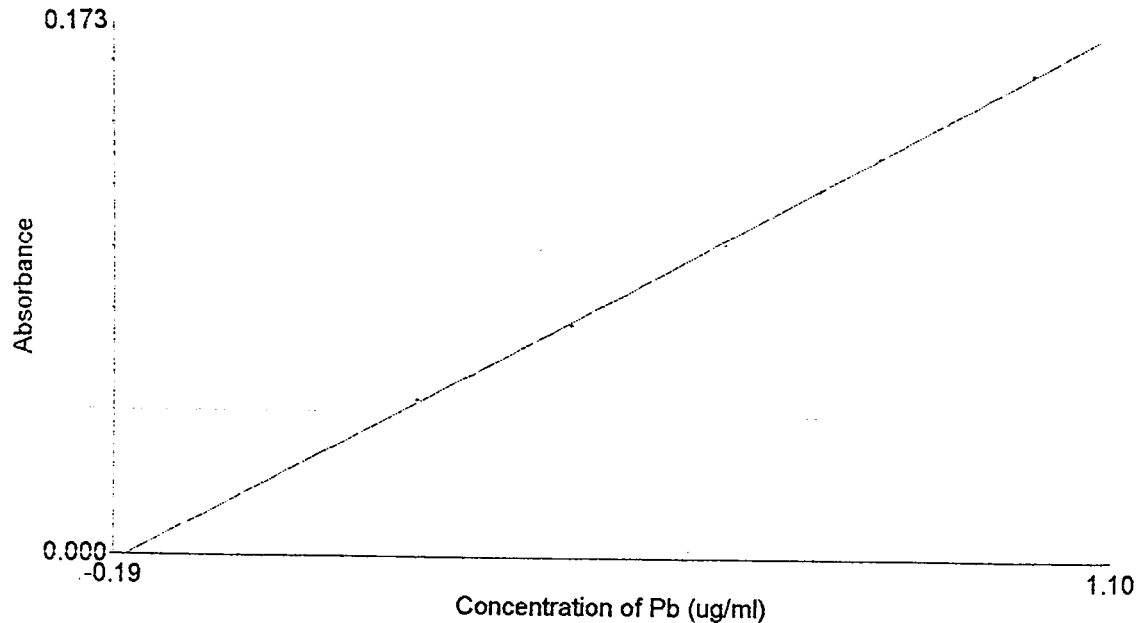
Flame Type	Air-Acetylene
Fuel Flow	2.06 l/min
Oxidant Flow	10.0 l/min
Burner Angle	0.0°
Workhead Height	15.0 mm



Full Calibration  
Calibration Mode

Linear Least Squares Max Error: 0.011 R<sup>2</sup>: 1.000 **LAMPIRAN 4B**

Sample Label	Conc. (ug/ml)	%RSD	Mean Abs.	Replicates		
Cal Blank	—	HIGH	0.001	-0.002	0.002	0.003
Standard 1	0.2000	5.63	0.051	0.054	0.050	0.049
Standard 2	0.4000	2.54	0.076	0.078	0.075	0.074
Standard 3	0.6000	1.54	0.101	0.102	0.100	0.103
Standard 4	0.8000	0.98	0.130	0.131	0.130	0.128
Standard 5	1.0000	0.51	0.157	0.158	0.156	0.157



Sample Label	Weight	Volume	Sample Label	Weight	Volume
L-1	1.000	1.000	L-2	1.000	1.000
L-3	1.000	1.000	L-4	1.000	1.000
L-6	1.000	1.000	L-7	1.000	1.000
L-8	1.000	1.000	L-9	1.000	1.000
L-10	1.000	1.000	L-11	1.000	1.000
L-13	1.000	1.000	L-14	1.000	1.000
L-15	1.000	1.000	L-16	1.000	1.000
L-17	1.000	1.000	L-18	1.000	1.000
L-19	1.000	1.000	L-20	1.000	1.000
L-20.1	1.000	1.000	L-21	1.000	1.000
L-22	1.000	1.000	STD-0.2ppm	1.000	1.000
Sample 27	1.000	1.000	Sample 28	1.000	1.000

Sample Label	Conc. (ug/ml)	%RSD	Mean Abs.	Replicates		
L-1	0.1959	3.85	0.049	0.050	0.047	0.051
L-2	0.7354	4.22	0.121	0.122	0.125	0.115
L-3	0.0283	10.95	0.027	0.024	0.028	0.029
L-4	0.3167	0.28	0.065	0.065	0.066	0.065
L-6	0.4378	5.80	0.081	0.087	0.078	0.079
L-7	FAIL	HIGH	-0.000	-0.002	-0.000	0.001
L-8	-0.1349	HIGH	0.005	0.005	0.008	0.003
L-9	0.2654	5.88	0.059	0.061	0.061	0.055
L-10	0.1765	6.44	0.047	0.047	0.044	0.049
L-11	0.1839	3.25	0.048	0.049	0.046	0.048
L-13	0.2349	5.92	0.054	0.058	0.052	0.054
L-14	0.0476	6.01	0.030	0.031	0.031	0.028

Sample Label	Conc. (ug/ml)	%RSD	Mean Abs.	Replicates			
L-15	0.2547	9.89	0.057	0.052	0.063	0.056	
L-16	0.2075	16.43	0.051	0.041	0.057	0.054	
L-17	0.0831	6.08	0.034	0.032	0.034	0.036	
L-18	0.1557	3.47	0.044	0.045	0.044	0.042	
L-19	0.2040	3.63	0.050	0.049	0.050	0.052	
L-20	0.0540	0.10	0.030	0.030	0.030	0.030	
L-20.1	0.0982	4.78	0.036	0.034	0.037	0.038	
L-21	FAIL	HIGH	-0.015	-0.014	-0.011	-0.021	
L-22	0.1809	5.16	0.047	0.047	0.050	0.045	
STD-0.2ppm	0.2022	1.42	0.050	0.050	0.050	0.051	
Sample 27	-0.0000	19.22	0.023	0.024	0.019	0.027	
Sample 28	-0.0471	HIGH	0.017	0.019	0.012	0.021	

**LAMPIRAN 4B**

E-mail: analisis@kimia.fs.utm.my

Operator : Mat Yasin SIRIN

Tel: 607 5504540

Fax: 607 5566162

(Samples : Tin

Analysis

Application Name

C:\Program Files\GBC AA Ver 1.1\Analysis2.anl

Date

Mon Jun 14 12:12:03 1999

Method

Instrument Parameters

System Type	Furnace
Element	Pb
Matrix	
Lamp Current	4.0 mA
Wavelength	217.2 nm
Slit Width	1.0 nm
Slit Height	Reduced
Instrument Mode	Abs. BC On

Sample Measurement Parameters

Measurement Mode	Peak Area
Sample Introduction	Automatic
Time Constant	0.0 s
Replicates	3
Dilution Factor	0.50
Maximum Dilutions	2

Calibration Parameters

Calibration Mode	Conc Least Squares
Concentration Units	ug/l
Concentration Decimal Places	4
Calibration Failure On	None
Cal Failure Action	Continue
Measure Sample Blank After Cal	No
Auto Save After Cal	No

Quality Parameters

Second Fail Action	Continue
Range Checking	Off
Check Sample Conc	1.000 ug/l
Check Sample Lower Range	80.0%
Check Sample Upper Range	120.0%
Check Sample Fail Action	Stop
Check Sample Flag	*
Spike Conc	1.000 ug/l
Spike Volume	0 ul
Spike Recovery Lower Range	80.0%
Spike Recovery Upper Range	120.0%
Spike Fail Action	Stop
Spike Flag	*

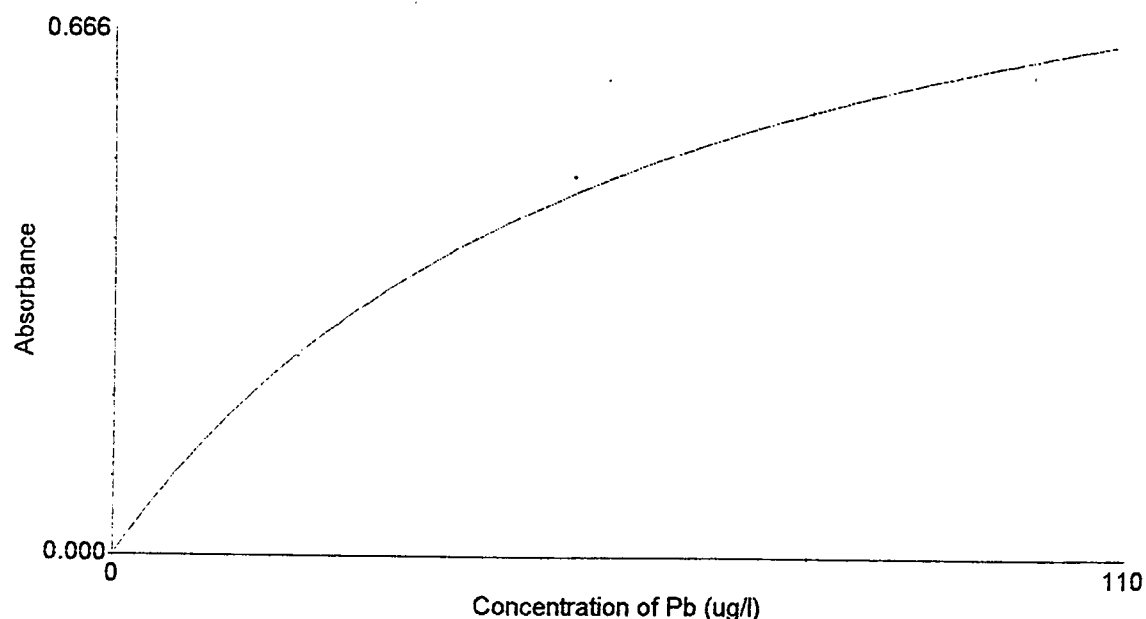
Step	Final Temp. (C)	Ramp Time (s)	Hold Time (s)	Gas Type	Read	Signal Graphics
Step 1	Inject Sample					
Step 2	110°	30.0	15.0	Inert	Off	Off
Step 3	200°	30.0	15.0	Inert	Off	Off
Step 4	400°	20.0	10.0	Inert	Off	Off
Step 5	400°	1.0	0.5	None	Off	Off
Step 6	2000°	0.8	1.0	None	On	On
Step 7	2100°	0.5	0.5	Inert	Off	Off

**PAL Parameters**

Injection Speed	9 ul/s
Sample Preparation	Pre-Mix
Pre-Mix Sample Volume	20 ul
Pre-Mix Blank Volume	0 ul
Pre-Mix Modifier Volume	5 ul
Pre-Mix Aux. Mod. Volume	0 ul

**Full Calibration****Calibration Mode**Conc. Least Squares    Max Error: 7.640    R<sup>2</sup>: 0.976

Sample Label	Conc. (ug/l)	%RSD	Mean Abs.	Replicates		
Cal Blank	—	HIGH	-0.023	-0.011	-0.026	-0.030
Standard 1	20.0000	1.58	0.250	0.253	0.251	0.246
Standard 2	50.0000	2.24	0.478	0.483	0.486	0.466
Standard 3	100.0000	6.38	0.606	0.589	0.650	0.578



Sample Label	Weight	Volume	Sample Label	Weight	Volume
KR-1	1.000	1.000	KR-2	1.000	1.000
KR-3	1.000	1.000	KR-4	1.000	1.000
KR-4.1	1.000	1.000	KR-6	1.000	1.000
KR-7	1.000	1.000	KR-8	1.000	1.000
KR-9	1.000	1.000	KR-12	1.000	1.000
KR-14	1.000	1.000	KR-16	1.000	1.000
KR-20	1.000	1.000	KR-21	1.000	1.000
KP-1	1.000	1.000	KP-10	1.000	1.000
KP-11	1.000	1.000	KP-12	1.000	1.000
KP-13	1.000	1.000	KP-14	1.000	1.000

Sample Label	Weight	Volume	Sample Label	Weight	Volume
KP-17	1.000	1.000	KP-18	1.000	1.000
KP-19	1.000	1.000	L-7	1.000	1.000
L-8.2x	1.000	1.000	L-21	1.000	1.000
STD-20ppb	1.000	1.000			

Sample Label	Conc. (ug/l)	%RSD	Mean Abs.	Replicates			
KR-1	12.8662	17.46	0.180	0.215	0.172	0.153	
KR-2	9.9968	15.73	0.146	0.162	0.156	0.120	
KR-3	7.3169	2.86	0.111	0.115	0.110	0.109	
KR-4	7.4266	15.51	0.113	0.110	0.131	0.097	
KR-4.1	6.2958	19.02	0.097	0.101	0.114	0.077	
KR-6	10.6273	9.88	0.154	0.166	0.137	0.159	
KR-7	7.8668	10.67	0.119	0.105	0.120	0.131	
KR-8	4.8707	10.57	0.077	0.086	0.075	0.070	
KR-9	4.2448	7.96	0.068	0.074	0.066	0.063	
KR-12	7.2943	18.79	0.111	0.088	0.129	0.116	
KR-14	11.4481	2.74	0.164	0.159	0.168	0.164	
KR-16	3.6799	15.49	0.059	0.068	0.049	0.061	
KR-20	10.1365	5.53	0.148	0.147	0.140	0.156	
KR-21	2.2734	12.78	0.038	0.041	0.040	0.032	
KP-1	13.1010	10.70	0.183	0.182	0.203	0.164	
KP-10	5.4205	15.59	0.085	0.070	0.092	0.093	
KP-11	15.3528	10.11	0.208	0.213	0.226	0.185	
KP-12	5.6224	6.11	0.088	0.082	0.089	0.093	
KP-13	16.2782	10.83	0.217	0.190	0.233	0.229	
KP-14	2.4461	14.61	0.040	0.043	0.033	0.044	
KP-17	4.6765	15.58	0.074	0.079	0.061	0.083	
KP-18	6.5857	2.17	0.101	0.103	0.099	0.102	
KP-19	3.8959	8.54	0.063	0.060	0.059	0.069	
L-7	25.7494	12.75	0.305	0.343	0.265	0.306	
L-8.2x	58.7532	2.35	0.497	0.500	0.484	0.507	
L-21	78.1730	7.88	0.566	0.567	0.522	0.611	
STD-20ppb	20.8964	7.27	0.263	0.266	0.280	0.242	

E-mail: analisis@kimia.fs.utm.my  
Operator : Mat Yasin SIRIN  
Tel: 607 5504540  
Fax: 607 5566162

Analysis

Application Name  
Date

C:\Program Files\GBC AA Ver 1.1\Analysis2.anl  
Sat Jun 26 09:56:47 1999

Method

Instrument Parameters

System Type	Flame
Element	Cd
Matrix	
Lamp Current	3.0 mA
Wavelength	229.1 nm
Slit Width	0.5 nm
Slit Height	Normal
Instrument Mode	Abs. BC On

Sample Measurement Parameters

Measurement Mode	Integration
Sample Introduction	Manual
Read Time	3.0 s
Time Constant	0.0 s
Replicates	3

Calibration Parameters

Calibration Mode	Conc Least Squares
Auto Burner Rotation	Off
Concentration Units	ug/ml
Concentration Decimal Places	3
Calibration Failure On	None
Cal Failure Action	Stop
Measure Sample Blank After Cal	No
Auto Save After Cal	No

Quality Parameters

Second Fail Action	Continue
Range Checking	Off
Check Sample Conc	1.000 ug/ml
Check Sample Lower Range	80.0%
Check Sample Upper Range	120.0%
Check Sample Fail Action	Stop
Check Sample Flag	*

Flame Control Parameters

Flame Type	Air-Acetylene
Fuel Flow	1.30 l/min
Oxidant Flow	10.0 l/min
Burner Angle	0.0°
Workhead Height	12.5 mm

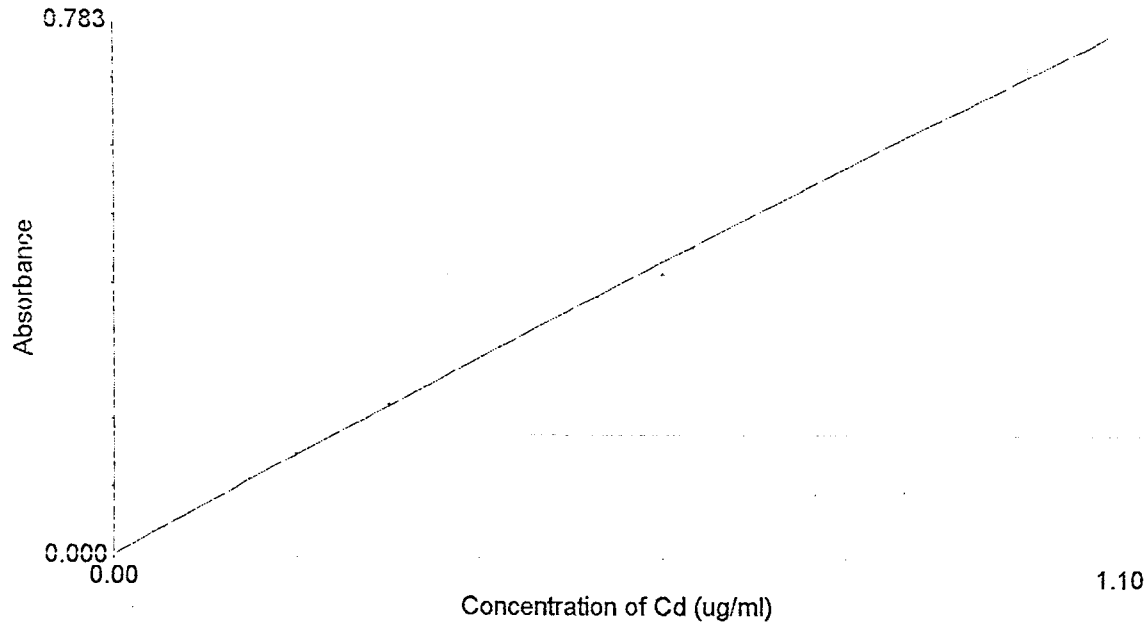
## Full Calibration

Calibration Mode

Conc. Least Squares Max Error: 0.025 R<sup>2</sup>: 0.997

LAMPIRAN 4D

Sample Label	Conc. (ug/ml)	%RSD	Mean Abs.	Replicates		
Cal Blank	—	HIGH	0.001	-0.000	0.001	0.001
Standard 1	0.200	1.81	0.149	0.146	0.150	0.151
Standard 2	0.300	0.86	0.223	0.221	0.223	0.225
Standard 3	0.600	1.20	0.414	0.408	0.416	0.417
Standard 4	1.000	0.53	0.712	0.708	0.713	0.716



Sample Label	Weight	Volume	Sample Label	Weight	Volume
Std cd 0.20 u	1.000	1.000	Sample 2	1.000	1.000
krq-1	1.000	1.000	krq-3	1.000	1.000
KRG-4	1.000	1.000	KRG-4.1	1.000	1.000
KRG-6	1.000	1.000	KRG-7	1.000	1.000
KRG-8	1.000	1.000	KRG-9	1.000	1.000
KRG-20	1.000	1.000	KRG-21	1.000	1.000

Sample Label	Conc. (ug/ml)	%RSD	Mean Abs.	Replicates		
Std cd 0.20 ug/ml	0.210	1.50	0.155	0.153	0.157	0.155
Sample 2	0.048	5.01	0.036	0.038	0.034	0.036
krq-1	0.343	1.61	0.251	0.253	0.253	0.246
krq-3	0.260	0.05	0.191	0.191	0.191	0.191
KRG-4	0.249	0.48	0.183	0.184	0.184	0.182
KRG-4.1	0.214	1.03	0.158	0.156	0.159	0.159
KRG-6	0.149	1.20	0.110	0.110	0.110	0.112
KRG-7	0.267	0.20	0.196	0.197	0.196	0.196
KRG-8	0.443	1.01	0.322	0.319	0.322	0.325
KRG-9	0.266	1.69	0.195	0.192	0.197	0.197
KRG-20	0.656	0.16	0.469	0.469	0.470	0.469
KRG-21	0.305	0.23	0.224	0.224	0.224	0.223